

Capítulo 3

Resultados y Discusión I. Recubrimientos monocapa: contacto monotónico

En este capítulo se presentan en primer lugar los resultados de la influencia de diferentes tiempos de calcinación en las características microestructurales y en las propiedades mecánicas del recubrimiento. Una vez seleccionado un tiempo óptimo de calcinación se estudia el comportamiento del recubrimiento monocapa, obtenido en estas condiciones, al contacto Hertziano monotónico y la evolución de la fractura debido al contacto puntiagudo.

3.1. Influencia de las condiciones de procesamiento en las propiedades del recubrimiento monocapa: tiempo de calcinación

La determinación de las condiciones óptimas de procesamiento es una etapa necesaria en el desarrollo de un nuevo material, con el objeto de conocer la influencia de los parámetros de fabricación en las características microestructurales y propiedades mecánicas, y la tolerancia de algunas de estas propiedades a la variación de dichos parámetros. Como se comentó en la sección 3 del capítulo de introducción, en trabajos anteriores [65,66] se llevaron a cabo estudios exhaustivos sobre el efecto en las propiedades del recubrimiento de parámetros como la temperatura, el tiempo de calcinación y del contenido de SiO_2 . Estos trabajos se concentraron principalmente en la inspección visual del recubrimiento, análisis de la cristalización y la composición química, pero mínimamente en las propiedades mecánicas, utilizando solamente la indentación Vickers en la superficie como herramienta, útil y práctica pero poco robusta, para la estimación cualitativa de la adherencia. En lo que respecta a la influencia del tiempo de calcinación, los trabajos anteriores evaluaron un espectro muy amplio de este parámetro, llegando a la conclusión de que un tiempo aproximado de 1 minuto a una temperatura máxima de 820°C permitía obtener el recubrimiento de mejores características generales. Sin embargo, pensando en establecer las condiciones de operación definitivas para un recubrimiento monocapa primario en contacto con el substrato en el sistema bicapa bioactivo, se decidió estudiar la influencia de tiempos de calcinación menores utilizando herramientas de caracterización que permitieran acotar definitivamente los valores óptimos de este parámetro.

Por lo tanto, el objetivo fundamental en esta sección es evaluar la influencia de diferentes tiempos de calcinación, durante el proceso de esmaltado, en las características microestructurales y propiedades mecánicas de un recubrimiento monocapa de vidrio sobre la aleación Ti6Al4V. El recubrimiento elegido para este estudio ha sido el 6P61C, el cual, por su contenido de SiO_2 , pertenece a la familia de recubrimientos que no presenta una macrofisuración apreciable pero, no es bioactivo. Esto lo convierte en un buen candidato para ser dispuesto como capa primaria del recubrimiento bicapa bioactivo definitivo. Estos recubrimientos se han obtenido mediante el protocolo

descrito en el apartado 2.1, utilizando tres diferentes tiempos de calcinación, 15, 20 y 30 s, denominando las muestras correspondientes como 6P61C-15, 6P61C-20 y 6P61C-30. A continuación se presentan y discuten los resultados divididos en dos secciones: caracterización microestructural y caracterización de propiedades mecánicas. Finalmente se presentan las conclusiones más relevantes de este estudio.

3.1.1. Caracterización microestructural

Las primeras observaciones de las superficies de los recubrimientos con diferentes tiempos de calcinación, realizadas por microscopía óptica, muestran una clara influencia de este parámetro en la cantidad y dimensiones de los poros. En la Fig. 3.1 se presenta el aspecto superficial de la porosidad y la distribución de poros por reducción de las fotografías capturadas a imágenes binarias mediante análisis digital. A pesar de que esta cuantificación de la porosidad puede estar influenciada por la diferencia de los índices de difracción entre el vidrio y el aire, la comparación con medidas de algunos poros obtenidas por SEM hacen que estas mediciones sean razonablemente validas.

Existen básicamente dos posibles fuentes de porosidad en estos recubrimientos: 1. El aire atrapado entre las partículas que sinterizan durante la calcinación y 2. Las burbujas de oxígeno que proceden de la reacción interfacial entre el Ti del substrato y el SiO₂ del vidrio (ver sección 1.4). Los poros debidos a la primera fuente son típicamente pequeños y de forma no necesariamente circunferencial ya que se concentran en los bordes entre partículas sinterizadas y además su forma se ve afectada por la fluencia que presentan las partículas, ya que la sinterización en estado sólido se presenta a una temperatura por encima de la T_s de los vidrios (ver Tabla 1.12). Sin embargo, los primeros análisis sobre la formación interfacial del compuesto intermetálico Ti₅Si₃ mostraron que los poros asociados son claramente circunferenciales, la mayoría de tamaños intermedios, pero algunos son de gran tamaño, lo cual es coherente con el hecho de que sean burbujas de oxígeno. Esto coincide plenamente con el aspecto de la porosidad en las fotografías de la Fig. 3.1.

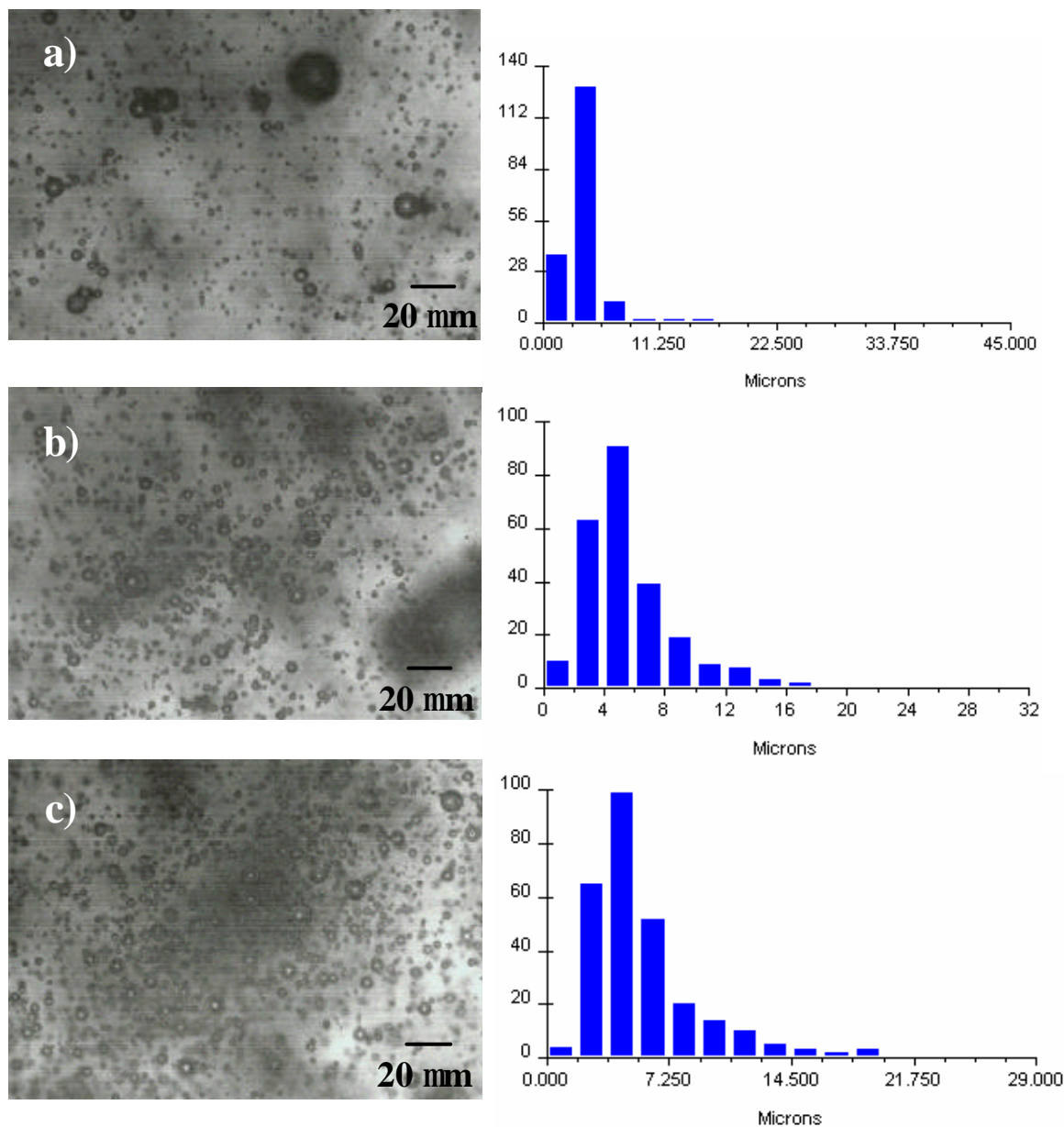


Figura 3.1. Porosidad superficial de los recubrimientos monocapa 6P61C para diferentes tiempos de calcinación: a) 15 s; b) 20 s; c) 30 s.

Las secciones transversales de los recubrimientos, montadas en baquelita y pulidas, fueron observadas inicialmente por microscopía óptica, con el principal propósito de observar la porosidad volumétrica y estimar los espesores. De esta manera se pudo verificar que en la mayoría de las muestras la porosidad estaba concentrada en la superficie, excepto en las muestras con mayor tiempo de calcinación, en las cuales se observaron algunos poros volumétricos de tamaño considerable. De otro lado, la

medición de los espesores se realizó en 12 diferentes posiciones uniformemente distribuidas a lo largo de la sección transversal. Los recubrimientos estudiados presentaron un espesor similar de $60 \pm 2 \mu\text{m}$. Estas mediciones tienen un error asociado a la irregularidad superficial de las muestras debida a la diferente respuesta del vidrio y del Ti6Al4V a la operación de desbaste y pulido. Es por esto que las mediciones realizadas por microscopía óptica fueron corregidas posteriormente con observaciones por SEM.

Las observaciones por SEM de la sección transversal después de ser atacada con un reactivo ácido, han permitido caracterizar la microestructura, tanto del sustrato como del recubrimiento (Fig. 3.2). El sustrato presenta la microestructura bifásica **a + b**, típica de las aleaciones Ti6Al4V mill-annealed, compuesta por granos equiaxiales y placas de Widmanstätten de **a**, en una matriz de **b** no transformada. El vidrio muestra una clara separación de partículas después del ataque ácido debida a la disolución preferencial que se presenta en los bordes de sinterización. Estas zonas son más susceptibles al ataque ácido ya que tienen una concentración de SiO_2 menor debido a los fenómenos de difusión durante la sinterización. En la Fig. 3.2 es evidente que, después del ataque ácido, las partículas de mayor tamaño están en contacto con el sustrato, lo cual corrobora que la disolución se ha presentado en los bordes entre partículas que han sinterizado después de haber sedimentado sobre el sustrato (ver sección 2.1.2).

Los recubrimientos no presentaron diferencias apreciables en el aspecto microestructural de las secciones transversales después del ataque ácido, para los diferentes tiempos de calcinación. Sólo cabe destacar la mayor presencia de poros volumétricos en el recubrimiento con mayor tiempo de calcinación (6P61C-30).

Con el propósito de verificar posibles cambios de composición química asociados a fenómenos de difusión y debidos a la reacción interfacial entre el Ti y SiO_2 , se realizó un análisis detallado por EDS de las secciones transversales de los recubrimientos. Los perfiles lineales de los elementos no han mostrado cambios apreciables en la composición en el seno del recubrimiento después de su calcinación. Cerca de la

intercara tampoco se detecta presencia clara de productos de interdifusión. Sin embargo, los perfiles lineales correspondientes al Ti y al Si presentan algunas tendencias importantes justo en la vecindad de la intercara (Fig. 3.3). En el recubrimiento con menor tiempo de calcinación (6P61C-15) se observa que la región donde el contenido de Ti disminuye es estrecha, sin transición aparente, con una caída abrupta de los picos. Sin embargo, en los recubrimientos con mayor tiempo de calcinación (6P61C-20 y 6P61C-30), la zona de caída de los picos de Ti es más amplia, denotando una disminución más gradual en el contenido de este elemento. Los perfiles lineales del Si muestran aproximadamente esta misma tendencia. Estas tendencias podrían significar la existencia de una capa de reacción mayor entre los dos elementos, en los recubrimientos con mayor tiempo de calcinación. La presencia de estas regiones de reacción interfacial, ricas en Ti, se observa más claramente a través de los mappings de EDS obtenidos para este elemento (Fig. 3.4). En ellos se observa como, para el máximo tiempo de calcinación, la región rica en Ti (menor contenido de Si) en el interior del recubrimiento, alcanza un espesor aproximado de 5 μm , mientras que para el menor tiempo de calcinación no es superior a 1 μm .

Teniendo en cuenta los trabajos previos en los cuales se ha caracterizado la intercara por diferentes técnicas [65,66], la presencia de esta capa interfacial en el interior del recubrimiento rica en Ti debe corresponder a la formación del compuesto intermetálico Ti_5Si_3 según la reacción de oxido-reducción de la ec. (1.1). Sin embargo, existe una discrepancia importante en el espesor de esta capa, ya que observaciones anteriores por TEM han mostrado que su espesor está entre 100 y 150 nm, para tiempos de calcinación de aproximadamente 30 s, mientras que el mapping de Ti ha mostrado un espesor aproximado de 5 μm . Esta diferencia podría estar relacionada, en principio, con el carácter semi-cualitativo del análisis y/o con la presencia de otros productos de reacción entre el Ti y otros óxidos presentes en el vidrio.

Con el propósito de dilucidar la discrepancia existente con respecto al espesor y a la naturaleza real de la capa de reacción interfacial entre el recubrimiento y el sustrato, para los diferentes tiempos de calcinación, se llevaron a cabo análisis detallados de la

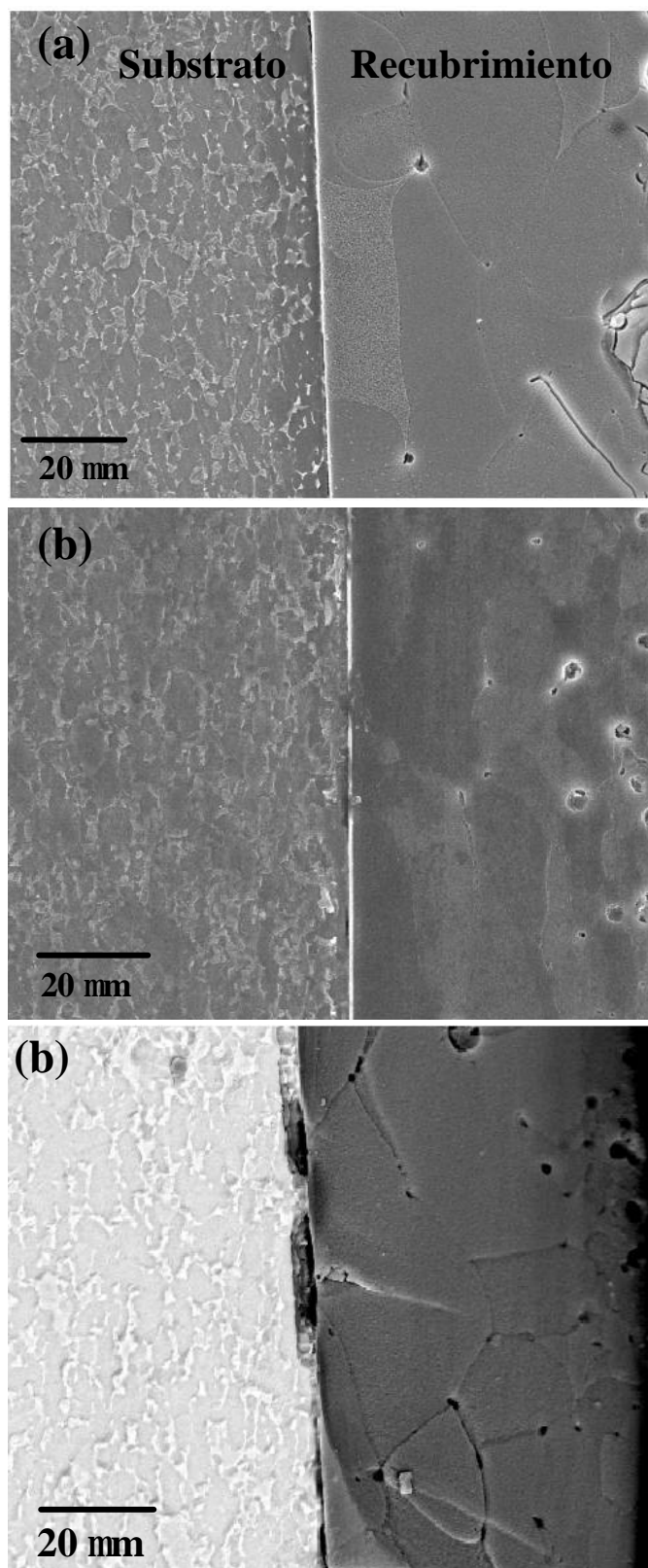


Figura 3.2. Microestructura revelada después del ataque ácido de la sección transversal del recubrimiento: a) 15 s; b) 20 s; c) 30 s.

recubrimiento y el sustrato, para los diferentes tiempos de calcinación. En la Fig. 3.6 se presenta el análisis lineal de cada elemento en el recubrimiento 6P61C-15, obtenido por microanálisis de sonda electrónica (EPMA). Las fotografías presentadas en la Fig. 3.5 muestran que la estructura de la capa interfacial es coherente con lo observado por primera vez por Oku y col. [70]. Se trata de una capa del compuesto intermetálico Ti_5Si_3 , de espesor nanométrico, que se divide en dos regiones: una primera capa continua nanocristalina en contacto directo con la aleación y, encima de esta, una capa de nanopartículas aisladas de Ti_5Si_3 dispersas en la matriz de vidrio, con un diámetro de 10 a 30 nm. Esto indica que la discrepancia con el espesor de la capa de reacción, estimado por el mapping de EDS, no se debe a la presencia de otro producto de reacción, sino a la incertidumbre asociada a la técnica semi-cuantitativa. Concretamente, el error puede deberse al volumen de excitación que produce el haz de electrones y que puede sobrevalorar la presencia de un elemento.

En la Fig. 3.5 también se nota como, al incrementar el tiempo de calcinación, el espesor de la capa nanocristalina no crece de manera apreciable mientras que el espesor de la capa de nanopartículas aisladas aumenta considerablemente. Esto sugiere que, fuera de la capa nanocristalina continua y en el interior del vidrio cercano a dicha capa, están nucleando nuevos nanocristales de Ti_5Si_3 indicando que en esa región el vidrio incorporado Ti en su estructura amorfa, que promueve la nucleación de nuevos cristales al aumentar el tiempo de calcinación. El contenido importante de Ti en esta región se verifica observando los perfiles lineales de composición en esa zona (Fig. 3.6) y puede tener influencia en la sobrevaloración que se observa en el mapping del Ti en la Fig. 3.4. El enriquecimiento en Ti en esta zona adyacente a la interfaz se debe a la saturación que se presenta después de la disolución que hace el vidrio de la capa inicial de TiO_x en la aleación de titanio cuando se supera la temperatura de ablandamiento del vidrio y este fluye y sinteriza [70,146].

Finalmente, los patrones de difracción de rayos X de los recubrimientos con diferentes tiempos de calcinación han mostrado la presencia de un fosfato de calcio y sodio ($2.4CaO \cdot 0.6Na_2O \cdot P_2O_5$) como única fase cristalina (Fig. 3.7). El contenido de esta fase

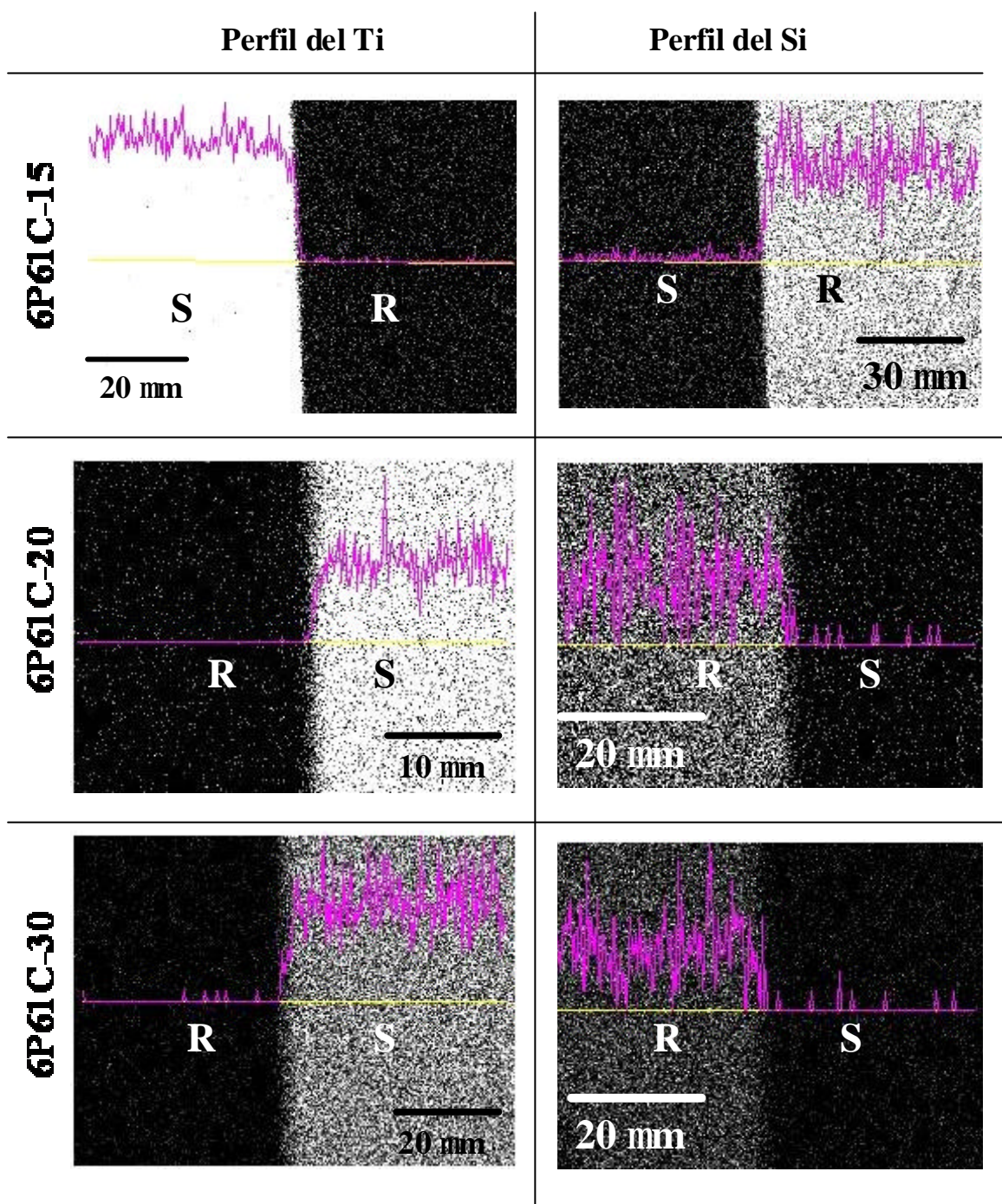


Figura 3.3. Perfiles elementales por análisis EDS de Ti y Si en la sección transversal de los recubrimientos con diferentes tiempos de calcinación. *R* y *S* denotan recubrimiento y sustrato, respectivamente.

no sufre un cambio apreciable al aumentar el tiempo de calcinación, excepto para el recubrimiento calcinado durante mayor tiempo, en el cual se observa un ligero

incremento en la intensidad de los picos para ángulos 2θ entre 20° y 40° . Sin embargo, esta diferencia al igual que la que se presenta para los menores valores de 2θ puede estar influenciada por la diferencia en la geometría de las muestras analizadas. Esta devitrificación mínima del vidrio se presenta durante el enfriamiento después de la fusión, ya que el patrón de difracción de las muestras fundidas, antes de ser trituradas y calcinadas sobre el sustrato, muestran la misma fase en la misma proporción (Fig. 3.8). Los picos del Ti que se observan en los difractogramas proceden del sustrato y se deben a la baja absorción de los rayos X que tiene el vidrio. La cuantificación del porcentaje de fase cristalina presente en el recubrimiento se presenta más adelante, en la caracterización microestructural del monocapa que se estudiará definitivamente.

3.1.2. Caracterización de propiedades mecánicas

La influencia del tiempo de calcinación en las propiedades mecánicas del recubrimiento monocapa 6P61C ha sido estudiada mediante ensayos en la superficie, en la intercara y en toda la sección transversal. En la superficie se ha evaluado la respuesta al contacto Hertziano monotónico y al ensayo de rayado. En la intercara se han realizado indentaciones Vickers a diferentes cargas para estimar comparativamente la respuesta de esta zona al contacto puntiagudo. A continuación se presentan y discuten los resultados obtenidos con cada una de estas técnicas, sobre las cuales se pueden encontrar los detalles experimentales en el capítulo 2.

3.1.2.1. Respuesta al contacto Hertziano

En la Fig. 3.9 se presenta la secuencia de aparición de los dos primeros daños durante el contacto Hertziano monotónico de los recubrimientos calcinados durante diferentes tiempos. El primer daño en los tres casos es la fisura cónica, la cual se forma aproximadamente para el mismo valor de carga crítica, P_{cc} . Este es un resultado razonable teniendo en cuenta que el diámetro medio de los poros superficiales es similar, a pesar de que la porosidad superficial aumenta con el tiempo de calcinación (ver Fig. 3.1). A partir del trabajo de Frank y Lawn [102] para demostrar la ley de

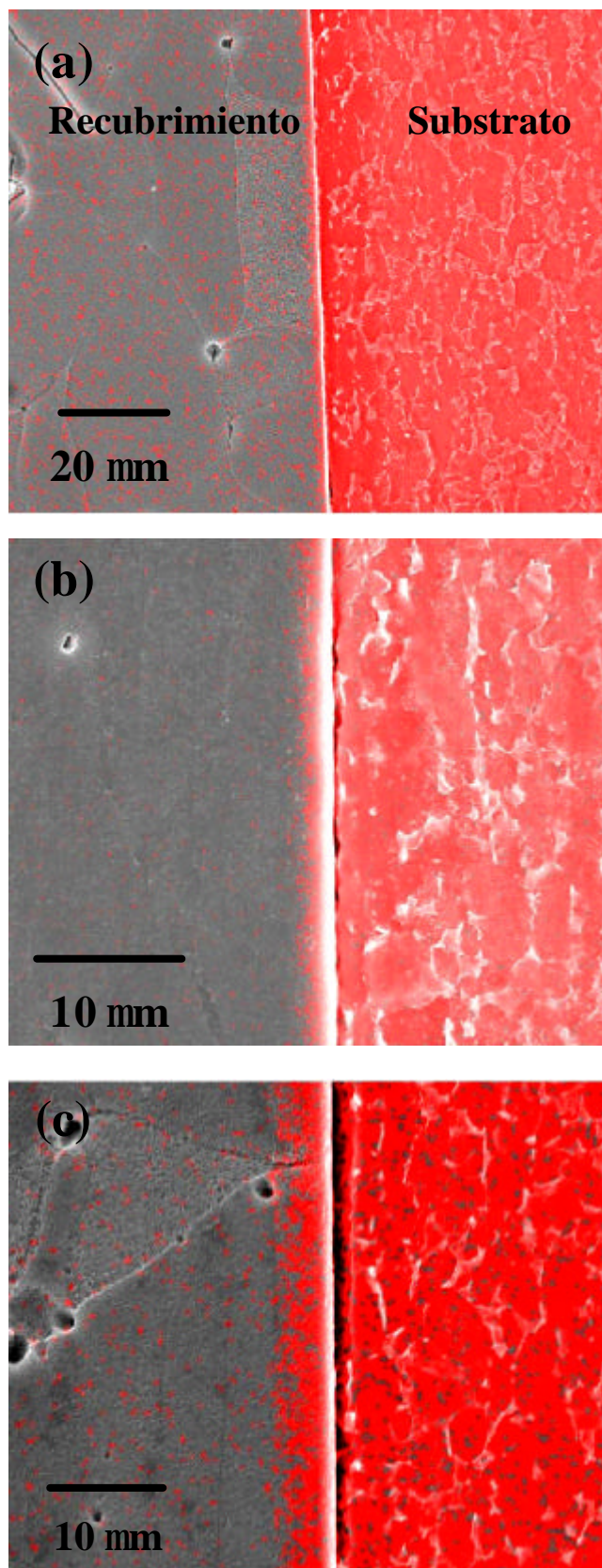


Figura 3.4. Mapping de Ti (en rojo) por EDS sobre las secciones transversales de los recubrimientos con diferentes tiempos de calcinación: a) 15 s; b) 20 s; c) 30 s.

Auerbach desde la mecánica de fractura de Griffith-Irwin, se acepta que la dependencia de la carga crítica P_{cc} tanto con el radio de la esfera, R , como con el tamaño medio de los defectos superficiales esta determinada por la relación de este último con el radio de contacto, c_f / r_c . Así, cuando esta relación se encuentra en un rango aproximado de 0.01 a 0.1, se cumple la ley de Auerbach, es decir, $P_{cc} \propto R_e$ y además P_{cc} es independiente del tamaño de los defectos, sólo dentro de este rango. Esto último explica los valores similares de P_{cc} que se presentan en la Fig. 3.9, como se puede inferir a partir de los valores calculados en la Tabla 3.1. La similitud en los valores de P_{cc} indica también valores similares en tenacidad de fractura “aparente” (influenciada por las tensiones residuales), como se infiere directamente de las ecs. (1.24) y (1.29).

El segundo daño observado ha sido la fisura radial que se forma a partir de la intercara, debido a la tensión de flexión que induce el contacto en el recubrimiento. Teniendo en cuenta que en este caso el módulo de Young del recubrimiento es menor que el del substrato ($E_R \approx 70$ GPa vs. $E_S \approx 110$ GPa), la flexión elástica del substrato no es suficiente para producir la fisura radial como si lo es en el caso del sistema vidrio/policarbonato (ver secc. 1.8). En el caso del recubrimiento aquí estudiado, como se discutirá en el siguiente capítulo, la aparición de la fisura radial se debe fundamentalmente a la deformación plástica que se presenta en el substrato metálico, justo en la intercara, debido a la tensión de cizalladura que actúa en ese lugar. El valor de esta tensión depende de parámetros que son muy similares en los tres recubrimientos estudiados (espesor y constantes elásticas del recubrimiento y del substrato), lo cual explica la similitud en los valores de la carga crítica para la fisura radial, P_{rc} , que se presentan en la Fig. 3.9.

3.1.2.2. Respuesta al ensayo de rayado

En la Fig. 3.10 se hace una descripción general de la evolución del patrón de daño generado durante el ensayo de rayado en los recubrimientos, incluyendo además las curvas asociadas de carga normal y señal de emisión acústica en función de la longitud de desplazamiento. En la Fig. 3.10a se nota como durante el primer contacto no se produce ningún tipo de fisuración ya que la carga inicial del ensayo (5N) es menor que

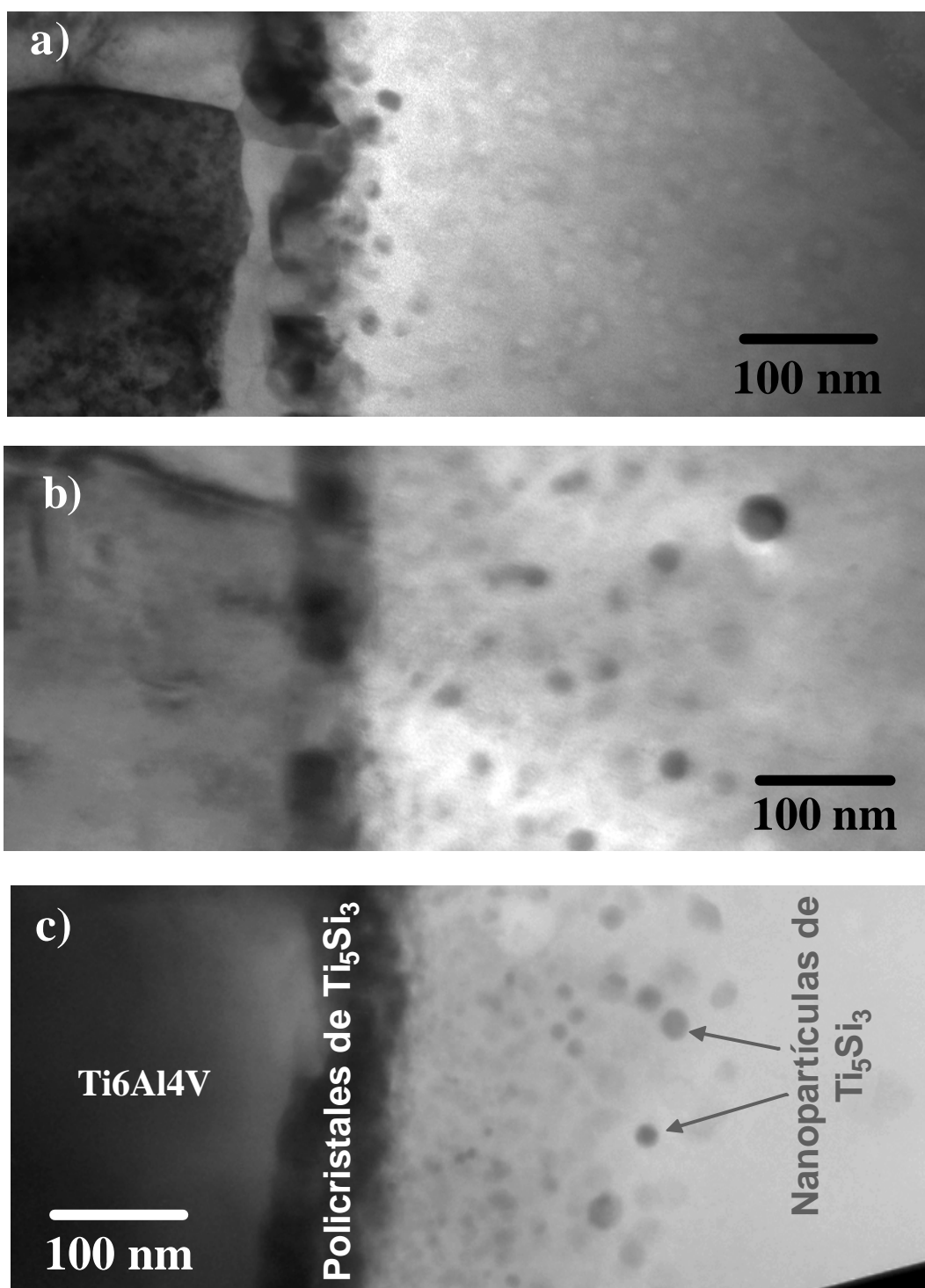


Figura 3.5. Fotografías de TEM de la intercalación de los recubrimientos con diferentes tiempos de calcinación: a) 15 s; b) 20 s; c) 30 s [72].

la carga crítica monotónica para la formación de la fisura anillo ($\sim 9\text{N}$), como se puede observar en la Fig. 3.11. Antes de la aparición de la primera fisura, se observa que el daño por desgaste debido a la fricción producida durante el deslizamiento es prácticamente inexistente, ya que el coeficiente de fricción entre ambos materiales es pequeño en ese tramo (~ 0.05) como se extrae de la Fig. 3.12.

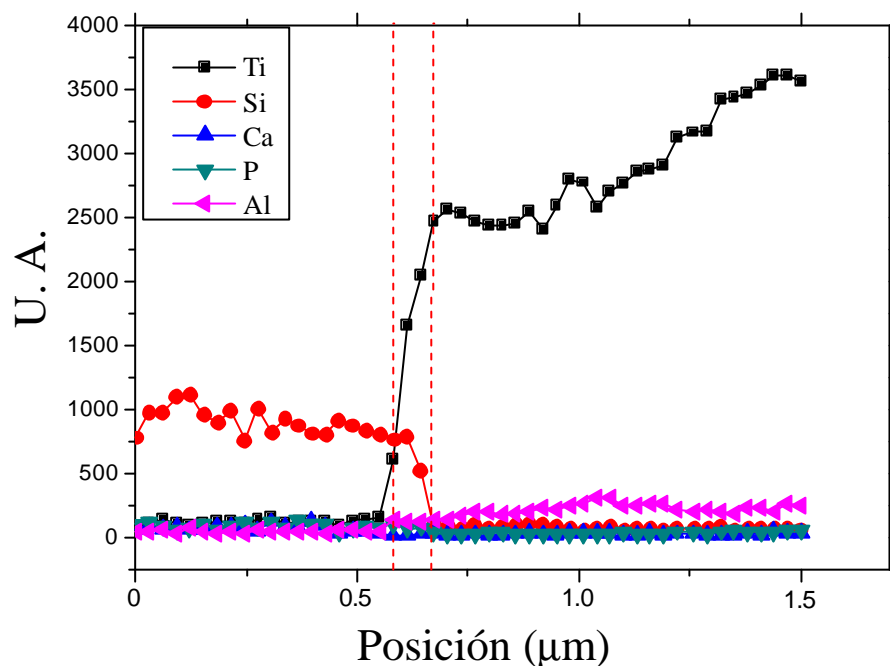


Figura 3.6. Perfil lineal asociado (EPMA) de la sección transversal del recubrimiento 6P61C-15.

La primer fisura que se aprecia durante el deslizamiento es una del tipo anillo, casi completa (flecha que indica dc_1 en la Fig. 3.10a). Su aparición se debe a que la carga normal ha alcanzado el valor crítico monotónico, como se extrae de comparar las Figs. 3.10c y 3.11. Esto significa que, hasta este punto, la fricción no ha modificado apreciablemente la tensión de tracción radial cerca del área de contacto, lo cual es razonable ya que, al no existir daño apreciable previo, el coeficiente de fricción se mantiene básicamente constante (Fig. 3.12). El daño inmediatamente posterior a la formación de la primera fisura anillo es claramente similar al patrón que presenta un vidrio monolítico debido al deslizamiento de una esfera dura (Fig. 2.9). Es decir, es un

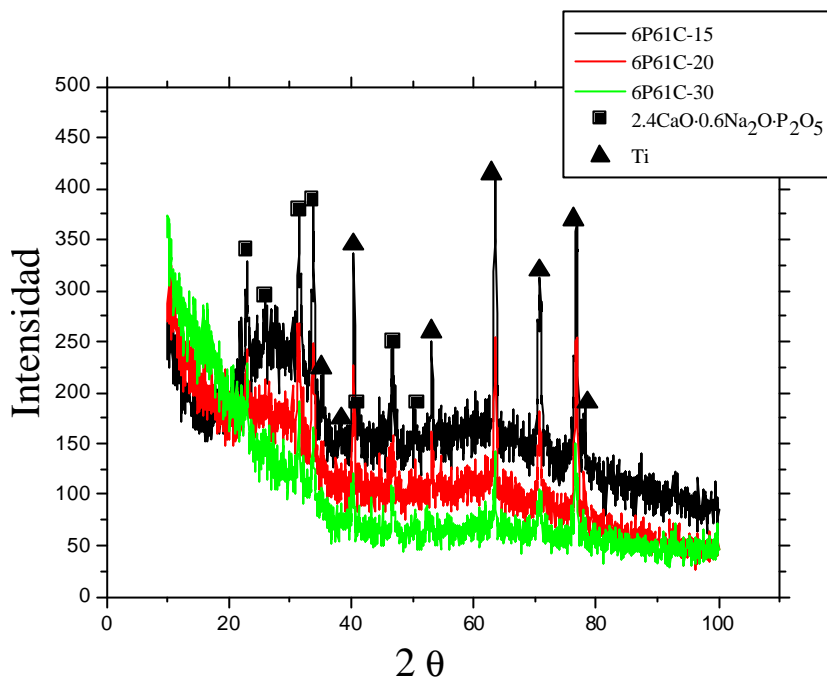


Figura 3.7. Patrones de difracción de rayos X de los recubrimientos con diferentes tiempos de calcinación.

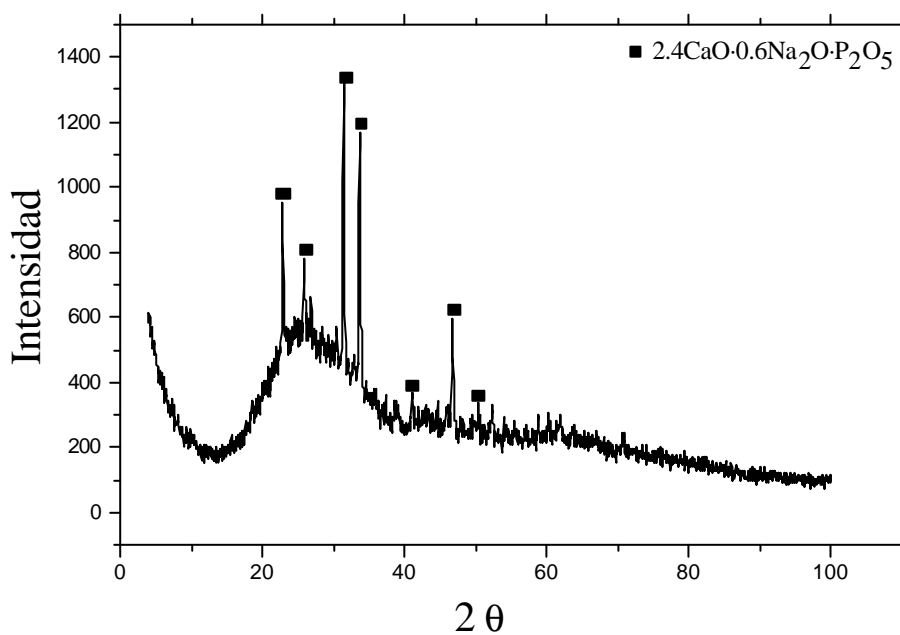


Figura 3.8. Patrón de difracción de rayos X del vidrio monolítico fundido 6P61.

daño concentrado totalmente en la superficie, sin ninguna influencia apreciable del substrato, que consiste en fisuras anillo parcialmente formadas. Estas fisuras son el resultado de la influencia de la fricción en el campo de tensiones cerca de la zona de contacto. Como resultado, las tensiones radiales de tracción en la superficie se ven incrementadas en magnitud y modificadas en trayectoria, especialmente atrás y a los lados del indentador, ya que adelante las tensiones son de compresión [135]. La siguiente condición crítica (dc_2 en Fig. 3.10a) es la formación de las primeras fisuras radiales a consecuencia de la tensión de flexión localizada que induce el apilamiento del substrato por la deformación plástica que está sufriendo. La coincidencia entre estas fisuras radiales y el apilamiento del substrato se evidencia en la Fig. 3.10a, en la posición dc_2 , donde además de la primera fisura radial también se nota la primera sombra oscura en el substrato. Estas fisuras son típicas en los ensayos de rayado de recubrimientos frágiles sobre substratos dúctiles (metales) y se presentan excepcionalmente con substratos duros para cargas muy elevadas [147].

La siguiente condición crítica (dc_3 en Fig. 3.10a) esta determinada por una nueva magnitud crítica en la deformación plástica del substrato representada en mayor apilamiento y acanaladura de rayado. Esto se traduce en un nuevo patrón de daño más complejo compuesto por: 1) Una mayor densidad de fisuras anillo parciales detrás del indentador debido a una mayor tensión de tracción en esa zona e incluso incremento de la tracción delante del indentador permitiendo que algunos anillos casi se completen; 2) Mayor fisuración radial con algunas de las fisuras saliendo del patrón de daño de rayado; y 3) El inicio de la delaminación del recubrimiento que se evidencia por la intensificación de la sombra oscura en la intercara. Es posible notar el inicio de las fisuras paralelas a la dirección de deslizamiento, en el borde del canal de rayado. Los incrementos en las tensiones de tracción, a los lados y detrás del indentador, debidos a la deformación plástica del substrato se acentúan por el aumento en el coeficiente de fricción, como se observa en la Fig. 3.12. La condición de daño crítica final es el desprendimiento definitivo del recubrimiento (dc_4 en Fig. 3.10a) debido a la acumulación de daño en la intercara, la cual se inició en la condición crítica previa, como se corrobora siguiendo la estela de la sombra oscura desde dc_3 hasta dc_4 .

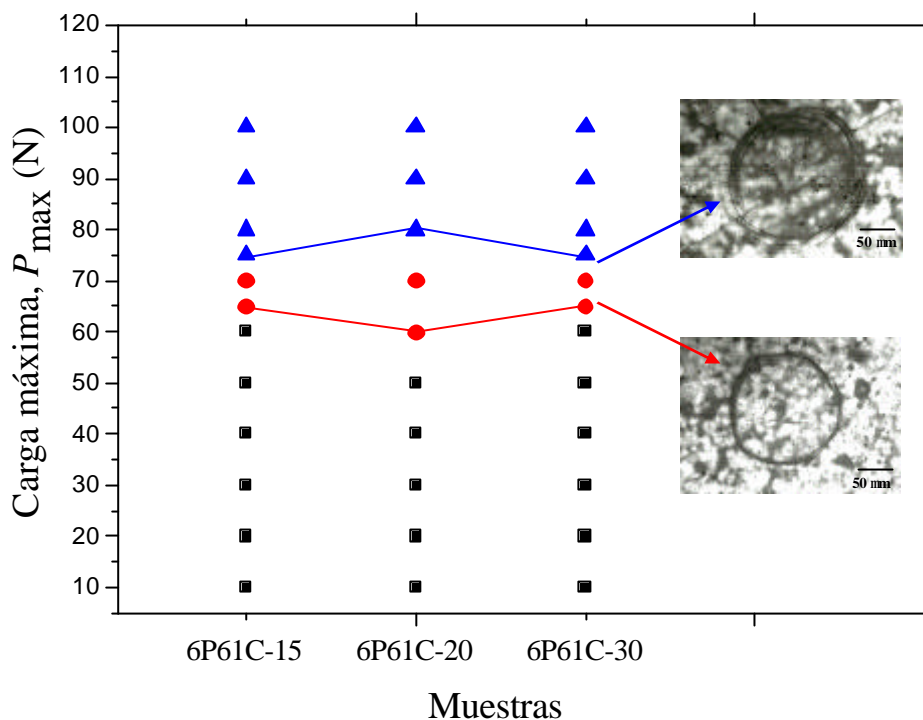


Figura 3.9. Secuencia de daños durante el contacto Hertziano monotónico de los recubrimientos con diferentes tiempos de calcinación.

Es posible entonces resumir la secuencia de daños que se presentan durante el ensayo de rayado, en dos grupos: daños de tipo frágil (dc_1 hasta dc_2) en los que no participa de manera apreciable el substrato metálico y daños de tipo dúctil (dc_2 hasta dc_4) los cuales están claramente determinados por la deformación plástica del metal. Nótese que en las Figs. 3.10b y 3.10c, los picos de emisión acústica coinciden de manera aproximada con las condiciones críticas previamente analizadas, lo cual permite establecer las cargas críticas para producir dichas condiciones.

En la Fig. 3.13 se resumen los valores de carga crítica para el desprendimiento definitivo del recubrimiento (P_{dc4}) en función de los diferentes tiempos de calcinación. Es evidente que el recubrimiento con mayor resistencia a desprenderse es el de mayor tiempo de calcinación que es el mismo que posee un mayor espesor de capa interfacial de Ti_5Si_3 . Sin embargo, la resistencia de los tres recubrimientos puede considerarse buena, teniendo en cuenta la serie de daños previos antes de presentarse el desprendimiento definitivo.

Tabla 3.1. Condiciones críticas de los daños producidos durante el contacto Hertziano monotónico de los recubrimientos con diferentes tiempos de calcinación

Muestra	Tamaño medio de poro, c_f (μm)	Carga crítica para fisura cónica, P_{cc} (N)	Carga crítica para fisura radial, P_{rc} (N)	Radio de contacto, r_c (μm)	Relación c_f/r_c
6P61C-15	~ 2	65 ± 5	75 ± 5	112.5	0.018
6P61C-20	~ 3	58 ± 5	80 ± 5	110	0.027
6P61C-30	~ 3	65 ± 5	75 ± 5	112.5	0.027

Desde los primeros trabajos de caracterización de la intercara entre el vidrio y el substrato, en los cuales se ha detectado la presencia de la capa nanométrica de Ti_5Si_3 , se ha atribuido a esta capa la buena adherencia del recubrimiento [65]. Esta atribución se ha fundamentado en un razonamiento lógico sobre el papel benéfico de esta capa nanoestructurada en cuanto a una posible relajación de la deformación en la intercara que favorezca la adhesión del recubrimiento. Se cree también que la presencia de la capa de Ti_5Si_3 permite un buen ajuste de red con el metal y además que, en cierta forma, se convierte en una región de transición entre los enlaces metálicos del substrato y los enlaces iónico-covalentes del vidrio permitiendo cierta continuidad en la estructura electrónica, favoreciendo ambas cosas la adherencia. El posible crecimiento dendrítico de la capa continua de Ti_5Si_3 al interior del vidrio puede favorecer cierto anclaje del recubrimiento. Sin embargo, la formación exagerada de esta capa puede afectar negativamente las propiedades del recubrimiento ya que, además de aumentar la porosidad, su naturaleza frágil ($3.2 \pm 0.1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ [148]) y su elevado coeficiente de expansión térmica ($12 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) puede comprometer la adherencia del recubrimiento.

Cabe destacar que tiempos de calcinación suficientemente largos como para evaluar estas influencias no han sido considerados en este trabajo ya que otras características del recubrimiento permitieron acotar en trabajos anteriores el tiempo de calcinación óptimo (menos de 1 minuto), como se ha mencionado con anterioridad.

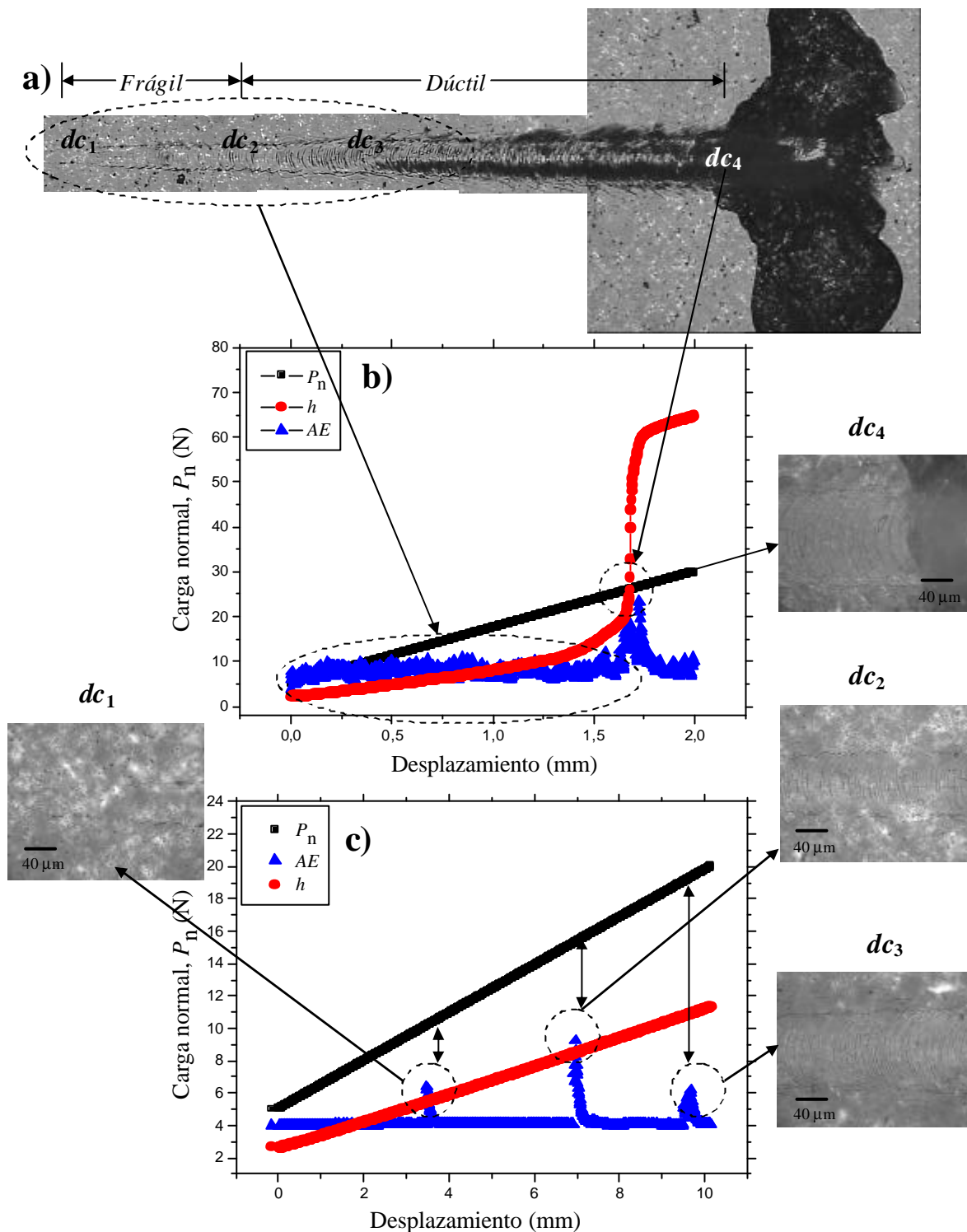


Figura 3.10. Secuencia del daño y condiciones críticas debido al contacto esférico deslizando (ensayo de rayado) sobre el recubrimiento 6P61C-20. Los datos denotados con h son de profundidad de penetración y los de AE son de la emisión acústica.

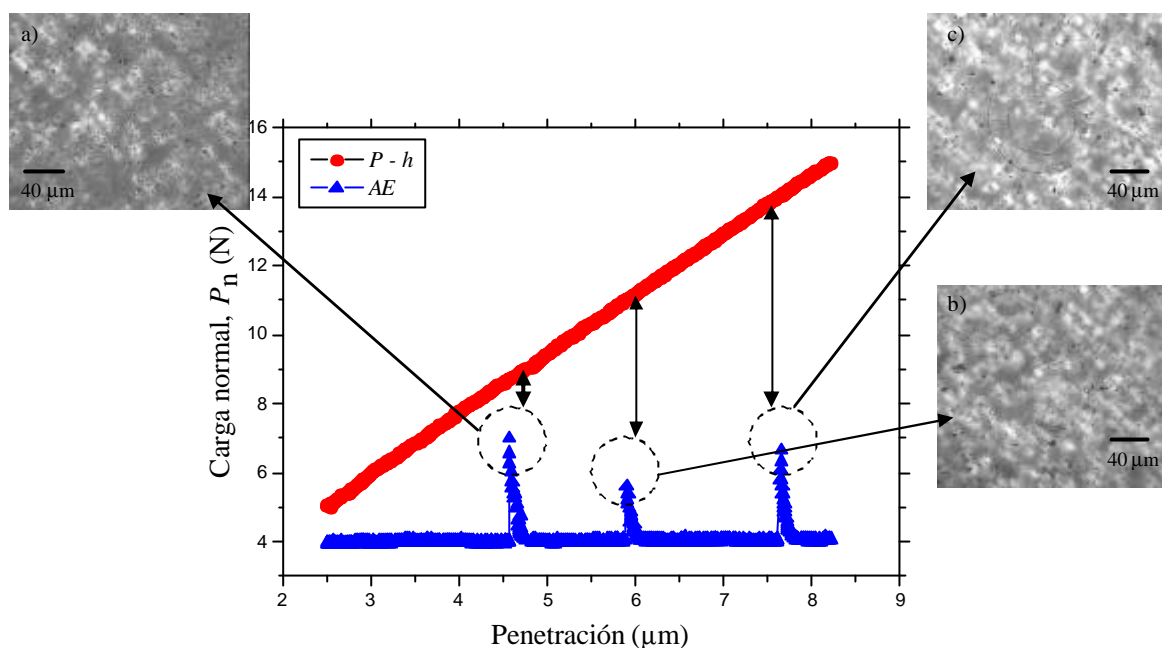


Figura 3.11. Secuencia del daño y condiciones críticas debido al contacto uniaxial sobre el recubrimiento 6P61C-20, utilizando la misma punta esférica del ensayo de rayado: a) Fisura anillo; b) Fisura anillo secundaria; c) Fisura radial y delaminación. $P-h$ es la curva carga- penetración y AE es la emisión acústica.

Las verificaciones de la buena adherencia del recubrimiento mediante ensayos de indentación Vickers en la superficie y en la intercara [66] han mostrado que soporta cargas de hasta 6.2 kg en la superficie, sin delaminar, y de hasta 1.2 kg en la intercara, sin propagar fisuras a lo largo de la misma. Sin embargo, estas pruebas fueron realizadas más con carácter cualitativo que con el propósito de evaluar la resistencia de la intercara en función de sus características microestructurales. Esto sin mencionar la complejidad del estado de tensiones que se induce en cada uno de estos ensayos y, por lo tanto, la dificultad que implica una correcta interpretación de los daños que se presentan.

El análisis conjunto de las Figs. 3.5, 3.10 y 3.13 demuestra por primera vez la importancia de la capa de Ti_5Si_3 en la adherencia del recubrimiento, estimada esta última por un método que ha permitido establecer claramente la carga crítica para el desprendimiento total del recubrimiento.

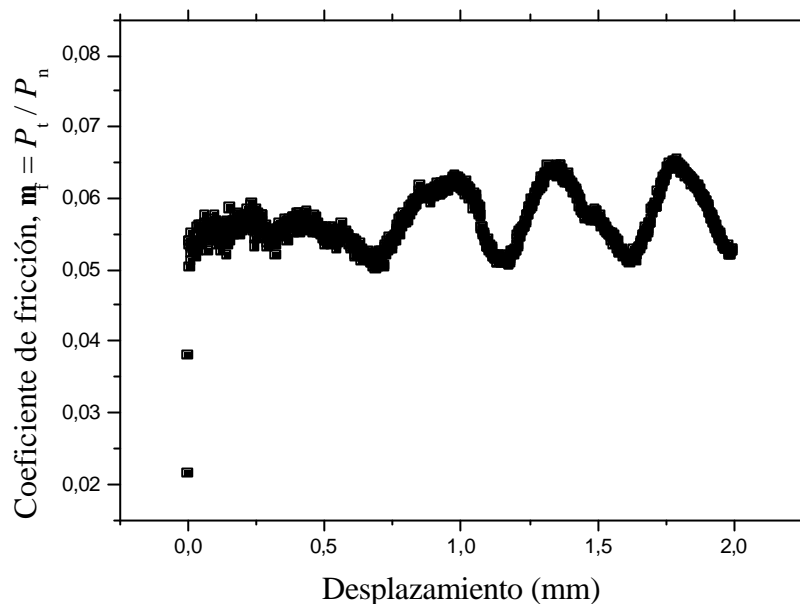


Figura 3.12. Evolución del coeficiente de fricción correspondiente al ensayo de rayado representado en la Fig. 3.10b.

3.1.2.3. Indentación Vickers en la intercara

El principal objetivo de estos ensayos era evaluar el daño que se producía en la intercara utilizando este tipo de indentación, pero esta vez concentrando el análisis en cargas pequeñas que permitieran observar en detalle el primer daño. Esto para evitar la multifisuración que se presenta con cargas tan elevadas como 1.2 kg que es con la que se evaluó cualitativamente la intercara en los primeros trabajos (Fig. 3.14).

En la Fig. 3.15 se presentan los daños generados en las intercaras de los recubrimientos calcinados durante 15 y 30 s, para cargas incrementales de indentación. La primera característica a destacar a partir de la forma de la huella residual es el mayor volumen deformado en el metal, como es lógico, debido a su menor dureza. Se observa un patrón de fisuración común en ambos recubrimientos y para todas las cargas, compuesto por dos fisuras superficiales que, en el caso del recubrimiento con menor tiempo de calcinación, emanan desde la intercara justo en la intersección de la esquina de la huella con la intercara. Sin embargo, en el recubrimiento con mayor tiempo de calcinación, las fisuras no emanan del mismo lugar, mostrando una tendencia a interceptar el lado de la huella dentro del vidrio, en su porción cercana a la intercara.

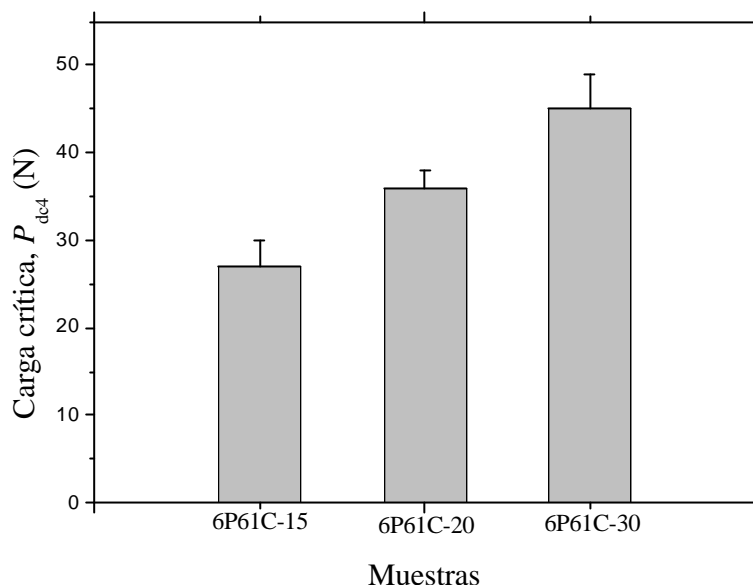


Figura 3.13. Carga crítica para el desprendimiento definitivo del recubrimiento, P_{dc4} , durante el ensayo de rayado de muestras con diferente tiempo de calcinación.

Las fisuras en uno y otro recubrimiento muestran además diferencias evidentes de longitud, apertura y ángulo con respecto a la intercara. Sin embargo, la diferencia más importante en la fisuración radica en que, en el recubrimiento con menor tiempo de calcinación, las fisuras se unen claramente a través de la diagonal e incluso, en un pequeño tramo de esa unión coinciden justo con la intercara. Esto significa que, por lo menos en un trayecto muy corto, la fisura producida durante la indentación ha servido para delaminar el recubrimiento. Por el contrario, en el recubrimiento con mayor tiempo de calcinación, la unión superficial de las dos fisuras no es nada evidente, excepto en algún caso en el que parecen unirse, pero lejos de la intercara. Por tanto, sin entrar todavía en detalles del mecanismo de formación de este particular patrón de fisuración, está claro que el recubrimiento con mayor tiempo de calcinación y mayor espesor de capa interfacial de Ti_5Si_3 presenta mayor resistencia a delaminar debido a la indentación Vickers en la intercara, lo cual es consistente con los resultados obtenidos por el ensayo de rayado.

La complejidad de la forma y magnitud de la deformación plástica y del campo de tensiones que se genera en un ensayo como el que se discute en este apartado se intuye

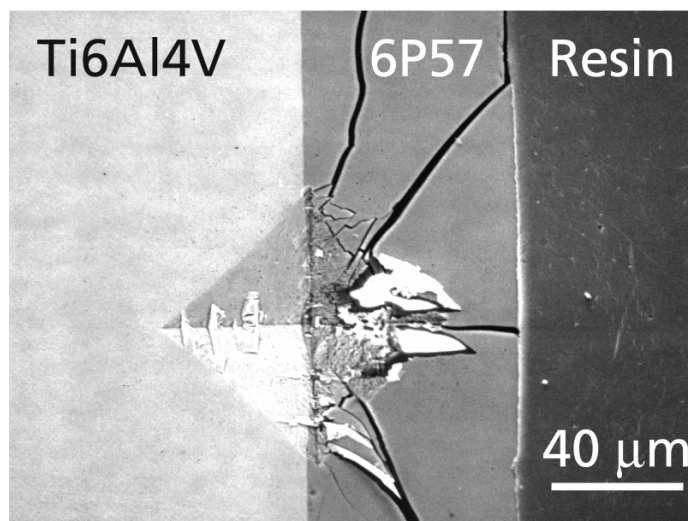


Figura 3.14. Indentación Vickers ($P = 1.2$ kg) en la intercara entre un recubrimiento 6P57 y el sustrato de Ti6Al4V [66].

inmediatamente y no existe en la literatura algún trabajo de referencia al respecto. Sin embargo, una primera aproximación al mecanismo de formación y propagación de las fisuras que forman el patrón especial observado es posible invocando los mecanismos que describen la formación de la fisura media-radial debido a una indentación Vickers en un vidrio monolítico [85].

Si se analiza inicialmente el caso de la fisuración en el recubrimiento con menor tiempo de calcinación (6P61C-15), por analogía con el caso del vidrio monolítico, la fisura que se observa en la superficie se ha iniciado a partir de otra fisura que se forma debajo de la huella de indentación durante la fase de carga (Fig. 3.16). Esta fisura resulta del campo de tensión que se produce por el desajuste entre el volumen de vidrio deformado inelásticamente con el resto del volumen circundante deformado elásticamente. Este campo genera la fisura subsuperficial a partir de un defecto favorablemente localizado en el borde entre los volúmenes de deformación elástica e inelástica. Esta fisura no tiene que ser necesariamente radial, i.e. estar sobre el eje de carga, debido a la asimetría que debe tener el volumen deformado inelásticamente y, por tanto, el campo de tensiones inducido. Sin embargo, teniendo en cuenta el hecho de que las fisuras en la superficie se unen, al menos parcialmente coincidiendo con la intercara, es posible que la fisura subsuperficial se haya formado en la misma intercara.

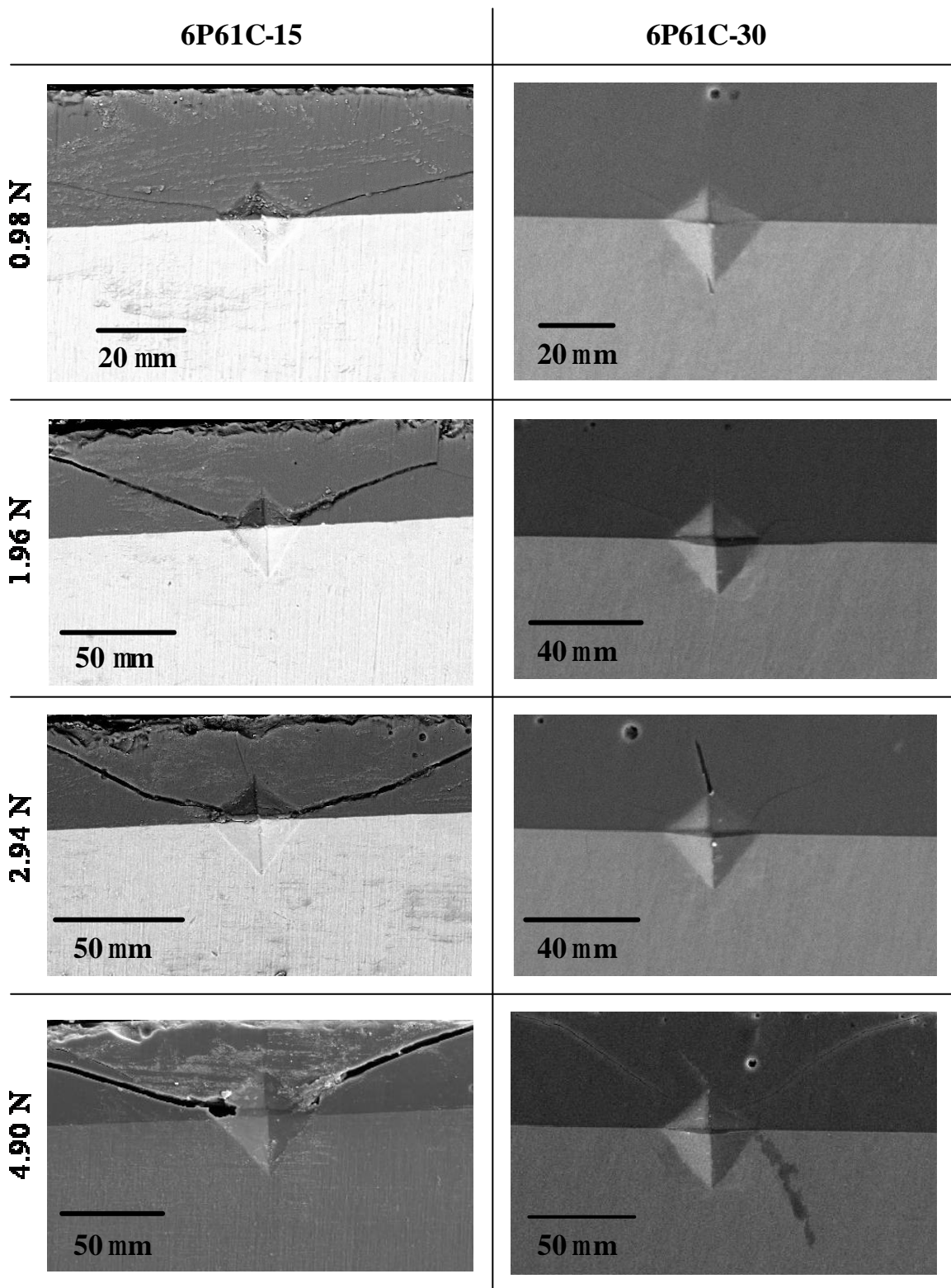


Figura 3.15. Evolución de las indentaciones Vickers en la intercara de dos recubrimientos con diferentes tiempos de calcinación.

Posteriormente, durante la descarga, la fisura subsuperficial propaga hacia la superficie debido al campo de tensión residual que se genera durante la recuperación elástica del volumen circundante, que permanece en desajuste con la deformación inelástica permanente.

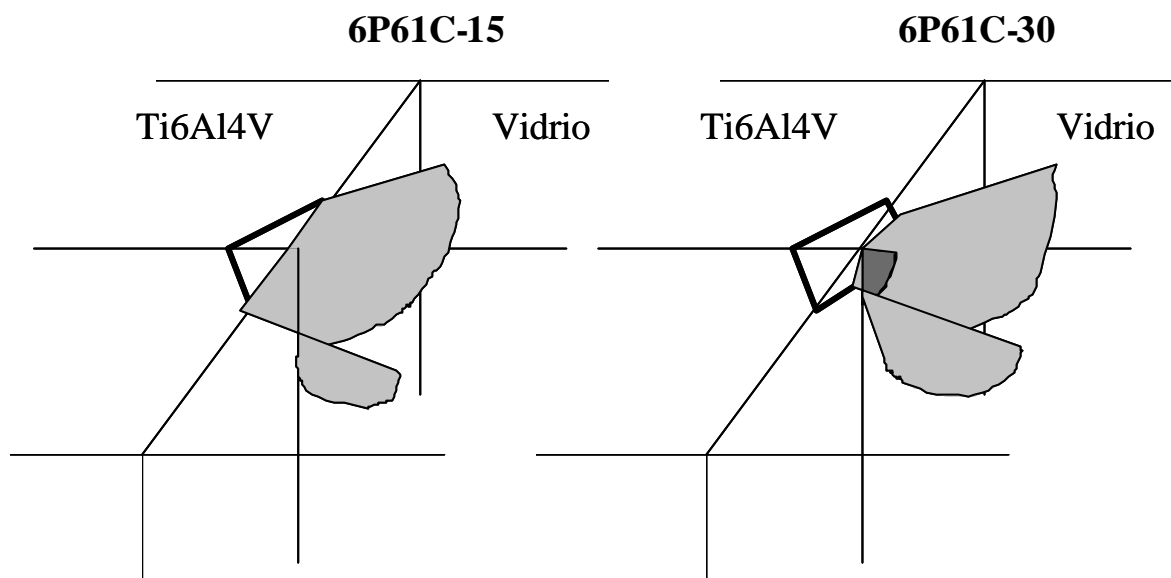


Figura 3.16. Esquema del posible mecanismo asociado a la formación de las fisuras debido a la indentación Vickers en la intercara de la Fig. 3.15.

El camino preferencial de estas fisuras, en dirección del material menos rígido y formando un ángulo característico con la intercara, puede explicarse, en principio, simplemente a partir de la diferencia de tenacidad de fractura entre el vidrio, el Ti6Al4V y la intercara entre ellos, con presencia de una capa nanométrica de Ti_5Si_3 . Es evidente que, asumiendo que la fisura subsuperficial inicial se formó en la intercara pero no se propaga a lo largo de ella, pareciera indicar que la tenacidad de la intercara es aparentemente mayor que la del vidrio, lo que estaría influenciado probablemente por la capa de Ti_5Si_3 que posee una tenacidad mayor a la del vidrio, como se comentó anteriormente. Sin embargo, un análisis un poco más exhaustivo de la influencia del desajuste elástico en el camino de una fisura presente en una intercara puede ofrecer una mejor racionalización. En este orden de ideas, la dirección de las fisuras al interior del vidrio no depende exclusivamente de las diferentes tenacidades de fractura que se encuentra la punta de la fisura en su frente. La fisura subsuperficial formada

inicialmente en la intercara queda sometida a un modo de fractura mixto (I + II) debido tanto a la asimetría en los módulos de Young a lado y lado de la intercara, como por la evidente asimetría en el campo de tensión debido a la indentación y en la geometría de la fisura [149]. Por tanto, la dirección de la desviación en la fisura (q^*) está determinada por el máximo valor de la energía disponible para la fractura (G_{max}), que a su vez tiene una relación inversamente proporcional con el módulo de Young (E). Esto puede explicar también la dirección de la desviación de la fisura hacia la dirección del vidrio, buscando el menor valor del módulo de Young, además de la posible mayor tenacidad de fractura de la intercara. El papel del modo mixto en la desviación de la fisura Vickers se ve más claramente en una indentación realizada en el centro del recubrimiento (Fig. 3.17), en la cual se puede ver como la fisura crece inicialmente paralelamente a la intercara pero luego se desvía en la dirección de menor rigidez (E de la baquelita 7 – 8 GPa). Nótese como las fisuras en la Fig. 3.15 retoman su dirección paralela a la intercara al acercarse a la baquelita, debido a la reducción en el valor de G a medida que se acerca a dicha intercara.

Siguiendo el mismo análisis anterior, se concluye que la desviación de la fisura en el recubrimiento 6P61C-30 se deberá exclusivamente al modo mixto que actúa sobre la fisura, ya que en este caso parece que la fisura inicial subsuperficial no se origina en la intercara.

El análisis anterior permite resumir los resultados de los ensayos de indentación Vickers en la intercara de los recubrimientos (Fig. 3.15) de la manera siguiente:

- La adherencia del recubrimiento con mayor tiempo de calcinación (6P61C-30) es mejor ya que la fisura inicial subsuperficial no se ha iniciado en la intercara.
- A pesar de que en el recubrimiento 6P61C-15 parece que la fisura inicial si se ha formado en la intercara, esto no implica necesariamente una mala adherencia, ya que la desviación de la fisura hacia el interior del vidrio, además de estar influenciada por el modo mixto al que esta sometido la fisura y por el desajuste elástico, también puede ser el resultado de que la tenacidad de fractura interfacial es mayor que la del

vidrio. Esto último puede estar también influenciado por la presencia de la capa de Ti_5Si_3 .

La tendencia de los resultados obtenidos mediante esta técnica, no utilizada comúnmente con el propósito de evaluar la adherencia de un recubrimiento, coincide con lo observado en los resultados del ensayo de rayado discutidos en el apartado anterior.

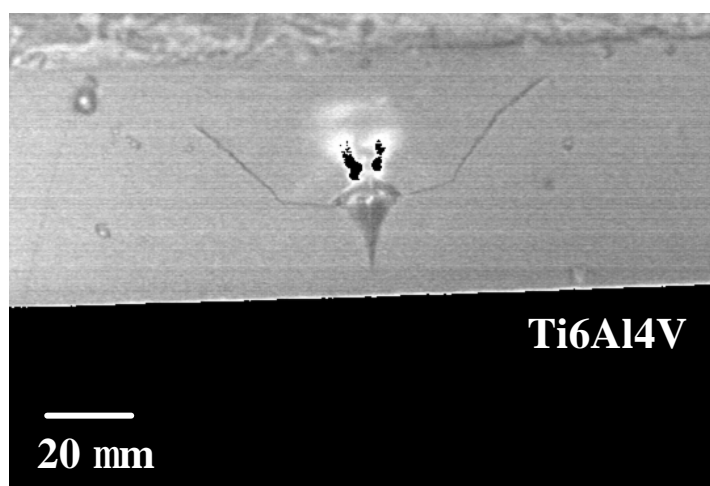


Figura 3.17. Fisura de indentación Vickers ($P = 0.49 \text{ N}$) realizada en el seno de recubrimiento.

3.1.3. Conclusiones

En la Fig. 3.18 se resumen esquemáticamente las principales conclusiones de este estudio sobre la influencia de diferentes tiempos de calcinación en las características microestructurales y propiedades mecánicas del recubrimiento monocapa 6P61C. De ella cabe destacar lo siguiente:

- Microestructuralmente, el aumento en el tiempo de calcinación se refleja en una mayor porosidad, confinada básicamente en la superficie, y en un mayor espesor global de la capa de reacción interfacial de siliciuro de titanio (Ti_5Si_3). Ambos efectos están correlacionados ya que los poros observados tienen la morfología

típica de las burbujas de oxígeno que se forman en la misma reacción de óxido-reducción en la que se forma el Ti_5Si_3 . El incremento en el espesor global de la capa de Ti_5Si_3 se debe fundamentalmente al aumento de la capa de las nanopartículas aisladas. El crecimiento preferencial de esta capa puede estar asociado a la saturación en contenido de titanio que posee el vidrio adyacente a la intercara debido a la disolución que hace del óxido de titanio (TiO_x) una vez se ablanda y fluye sobre el sustrato. El hecho de que la capa continua de Ti_5Si_3 no presente un crecimiento apreciable puede ser la consecuencia de un efecto barrera que ejerce esta capa, evitando que la reacción continúe entre el titanio del sustrato y el vidrio saturado.

- La respuesta mecánica al contacto Hertziano no se ve apreciablemente afectada por los diferentes tiempos de calcinación. Esto se debe a que el rango de tamaños dentro del cual aumentan los poros cae dentro del rango de la ley de Auerbach, implicando un valor constante de la carga crítica para la primera fisuración cónica.
- La respuesta mecánica de la intercara a los ensayos de rayado en la superficie y de indentación Vickers en la intercara está claramente influenciada por el tiempo de calcinación demostrando el papel del Ti_5Si_3 en la adherencia del recubrimiento. Ambos ensayos mostraron mejor adherencia en el recubrimiento con mayor tiempo de calcinación y mayor espesor global de Ti_5Si_3 . Sin embargo, este resultado no implica necesariamente una adherencia especialmente mala en el recubrimiento de menor tiempo de calcinación teniendo en cuenta que: 1. En el ensayo de rayado la delaminación se presenta después de una serie de daños previos producidos a cargas menores y 2. En el ensayo de indentación Vickers en la intercara, la fisura aparentemente se inicia en la misma intercara pero su deflexión al interior del vidrio puede ser una consecuencia tanto de la buena adherencia del recubrimiento como el modo mixto bajo el cual propaga inicialmente la fisura.

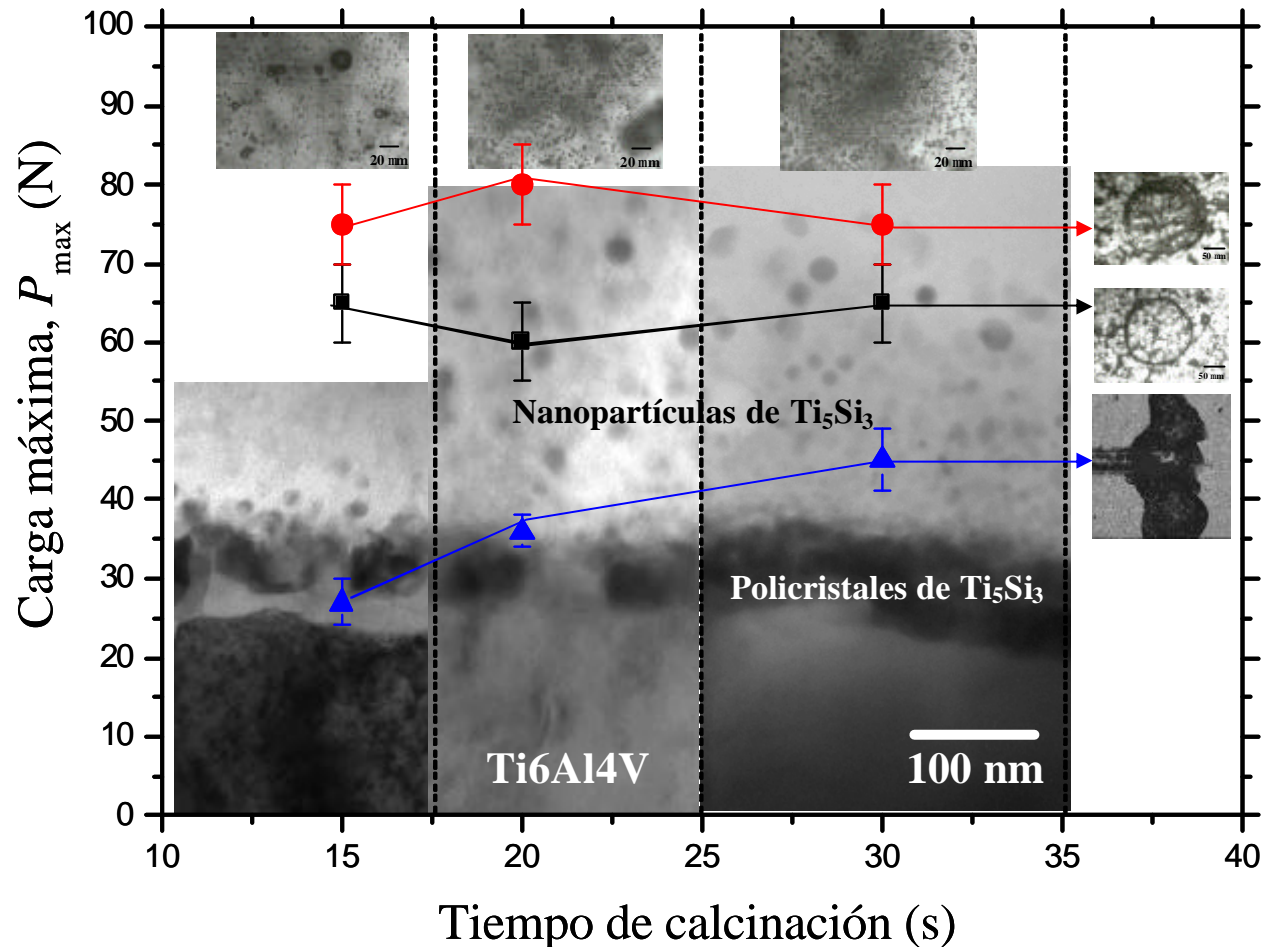


Figura 3.18. Mapa-resumen de la influencia del tiempo de calcinación en las características microestructurales y respuesta mecánica al contacto Hertziano.

3.2. Respuesta del recubrimiento monocapa definitivo al contacto Hertziano monotónico

El recubrimiento monocapa que se estudia en esta parte del trabajo formará la capa interna del sistema bicapa bioactivo definitivo. Esta elección se debe a su alto contenido de SiO_2 (64 % en peso) que le confieren una alta resistencia a la corrosión y le permite quedar sometido, en principio, a tensiones residuales de compresión por la similitud de su coeficiente de expansión térmica con respecto al del Ti6Al4V. Este recubrimiento, a pesar de no ser bioactivo, es también un buen candidato para ser usado como capa definitiva sobre la aleación Ti6Al4V ya que su alta resistencia a la corrosión en fluido fisiológico evitaría la liberación de iones del metal al medio.

A partir de los resultados de la sección anterior, se ha optado por someter este recubrimiento a un tiempo de calcinación mínimo, pensando en reducir considerablemente la porosidad superficial que puede afectar negativamente la resistencia volumétrica del recubrimiento. Con respecto a la adherencia, se cree que este tiempo mínimo de calcinación no la afecte demasiado teniendo en cuenta que los resultados anteriores mostraron que incluso el recubrimiento con 15 s de calcinación presentaba una adherencia bastante aceptable.

El objetivo fundamental de esta sección es caracterizar la respuesta de este recubrimiento al contacto Hertziano monotónico ya que esta caracterización, además de permitir conocer propiedades intrínsecas del recubrimiento, puede ser utilizada para seleccionar criterios de daño para los demás estudios bajo cargas de contacto estático y cíclico. El conocimiento de los daños debidos a este tipo de contacto puede ayudar a evaluar más adelante la eficiencia del concepto de material gradiente, al comparar luego con la respuesta del recubrimiento bicapa definitivo. La influencia del sustrato metálico en esta caracterización se evalúa estudiando la respuesta al contacto monotónico de vidrios fundidos y sinterizados con la misma composición química del recubrimiento. En este orden de ideas, esta parte del trabajo se inicia con una caracterización microestructural del recubrimiento monocapa y de los vidrios fundido y sinterizado. Posteriormente se presentan los daños producidos en los tres materiales con

diferentes radios de esfera seguidos por un análisis comparativo de los mismos para establecer la influencia del substrato en la secuencia de daños del recubrimiento. Se analiza luego la posibilidad de estimar la tenacidad de fractura del recubrimiento mediante un factor de intensidad de tensiones apropiado para la formación de la fisura anillo y, finalmente, se utiliza el método de microfractura de indentación Vickers para estimar, además de la tenacidad de fractura, las tensiones residuales, utilizando factores de corrección debido tanto a los cambios en la geometría de la fisura como a la presencia del substrato metálico. Estos resultados se comparan con los obtenidos previamente a partir de la carga crítica para la fisura anillo y con otros valores reportados en la literatura.

3.2.1. Caracterización microestructural

El aspecto de la porosidad superficial de los tres materiales estudiados (recubrimiento, vidrio fundido y vidrio sinterizado) y su cuantificación mediante reducción a imágenes binarias se presentan en la Fig. 3.19. Cabe recordar que esta cuantificación es aproximada debido al error asociado a la diferencia entre los índices de difracción del vidrio y del titanio. En la Fig. 3.19 puede observarse, como era de esperar, una reducción importante en la porosidad con respecto a los recubrimientos estudiados en la sección previa (Fig. 3.1). Esta reducción es consecuencia del menor tiempo de calcinación y, por lo tanto, de la menor extensión de la reacción de óxido-reducción para formar el Ti_5Si_3 (ec. 1.1) y las burbujas de oxígeno asociadas. La reducción en el espesor de la capa de Ti_5Si_3 es evidente al comparar el mapping de Ti en la Fig. 3.20, con los mappings para tiempos de calcinación mayor en la Fig. 3.4.

En la Fig. 3.19 puede observarse también como la morfología y cantidad de los poros en el vidrio sinterizado es muy similar a la del recubrimiento. Esto se debe a que, en ambos casos, la principal fuente de porosidad es el aire atrapado entre las partículas sinterizadas. El vidrio monolítico sinterizado, a pesar de haber sido compactado mediante presión uniaxial, queda con una porosidad residual similar a la del recubrimiento ya que ambos sinterizan una vez superan la temperatura de ablandamiento, T_s . De esta forma, la porosidad y posible microfisuración entre partículas que se presenta en ambos casos, se debe inicialmente a la sinterización

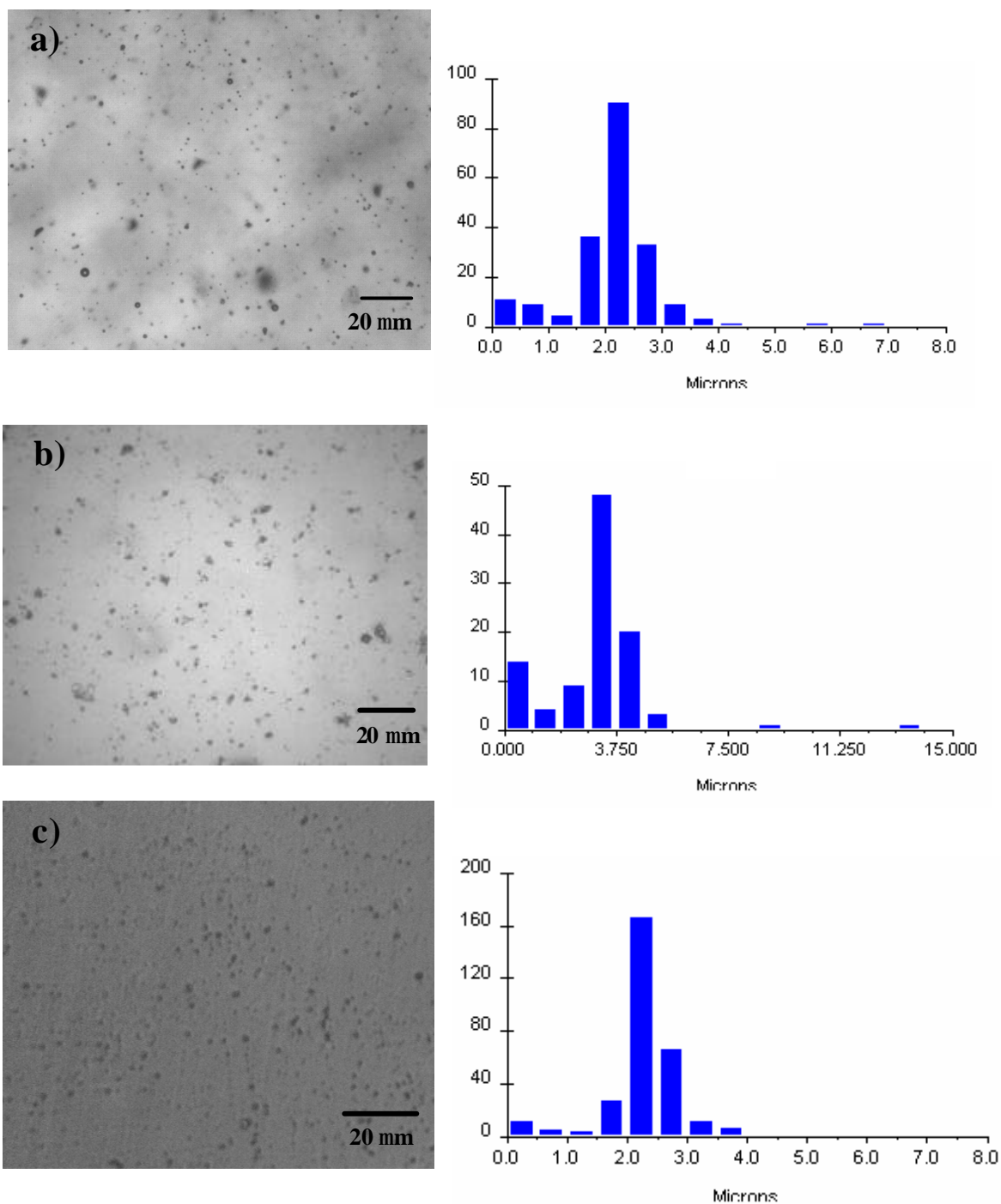


Figura 3.19. Porosidad superficial del recubrimiento monocapa 6P64C (a) y de los correspondientes vidrios sinterizado 6P64S (b) y fundido 6P64F (c).

incompleta que, una vez enfriada la muestra, puede verse acentuada por las tensiones residuales. Esta similitud en la porosidad sólo se mantiene a nivel superficial ya que a nivel volumétrico el vidrio sinterizado mantiene básicamente la porosidad mientras que

en el recubrimiento los poros están claramente concentrados en la superficie, como se evidencia en la Fig. 3.21a.

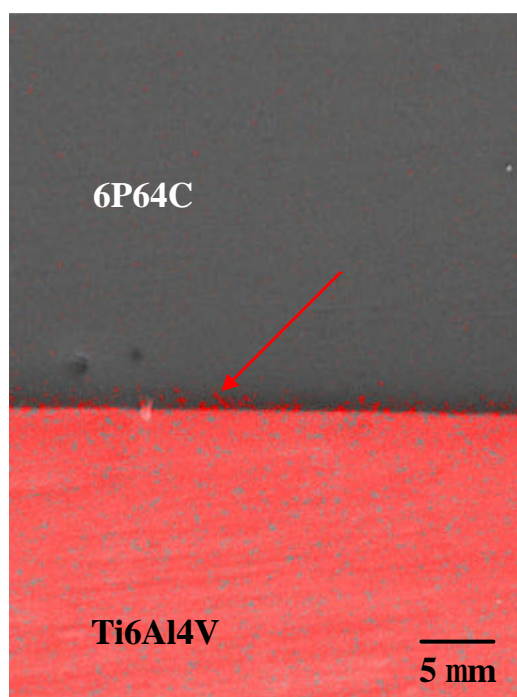


Figure 3.20. Mapping de Ti sobre la sección transversal del recubrimiento 6P64C.

El vidrio fundido presenta una porosidad morfológicamente diferente a los dos casos anteriores y cuantitativamente menor. Esto se debe a que la fuente de poros en este caso es la que típicamente se presenta durante la fusión de los óxidos componentes del vidrio y que, generalmente, se asocia a posibles reacciones electroquímicas entre dichos óxidos y a la contaminación de las sales de partida con humedad o componentes orgánicos que pueden ser evaporados durante la fusión y quedar atrapados en el vidrio durante la solidificación.

El efecto del ataque con reactivo ácido, tanto en la sección transversal del recubrimiento como en los vidrios fundido y sinterizado, previamente pulidos, aparece en las fotografías de la Fig. 3.21. Como en la sección anterior, se nota la separación de las partículas sinterizadas debido al ataque preferencial en sus bordes (Fig. 3.21b), lo cual se presenta también en el vidrio monolítico sinterizado (Fig. 3.21c), demostrando que son microestructuralmente equivalentes. El vidrio fundido, por el contrario, muestra el aspecto característico de un vidrio común atacado químicamente.

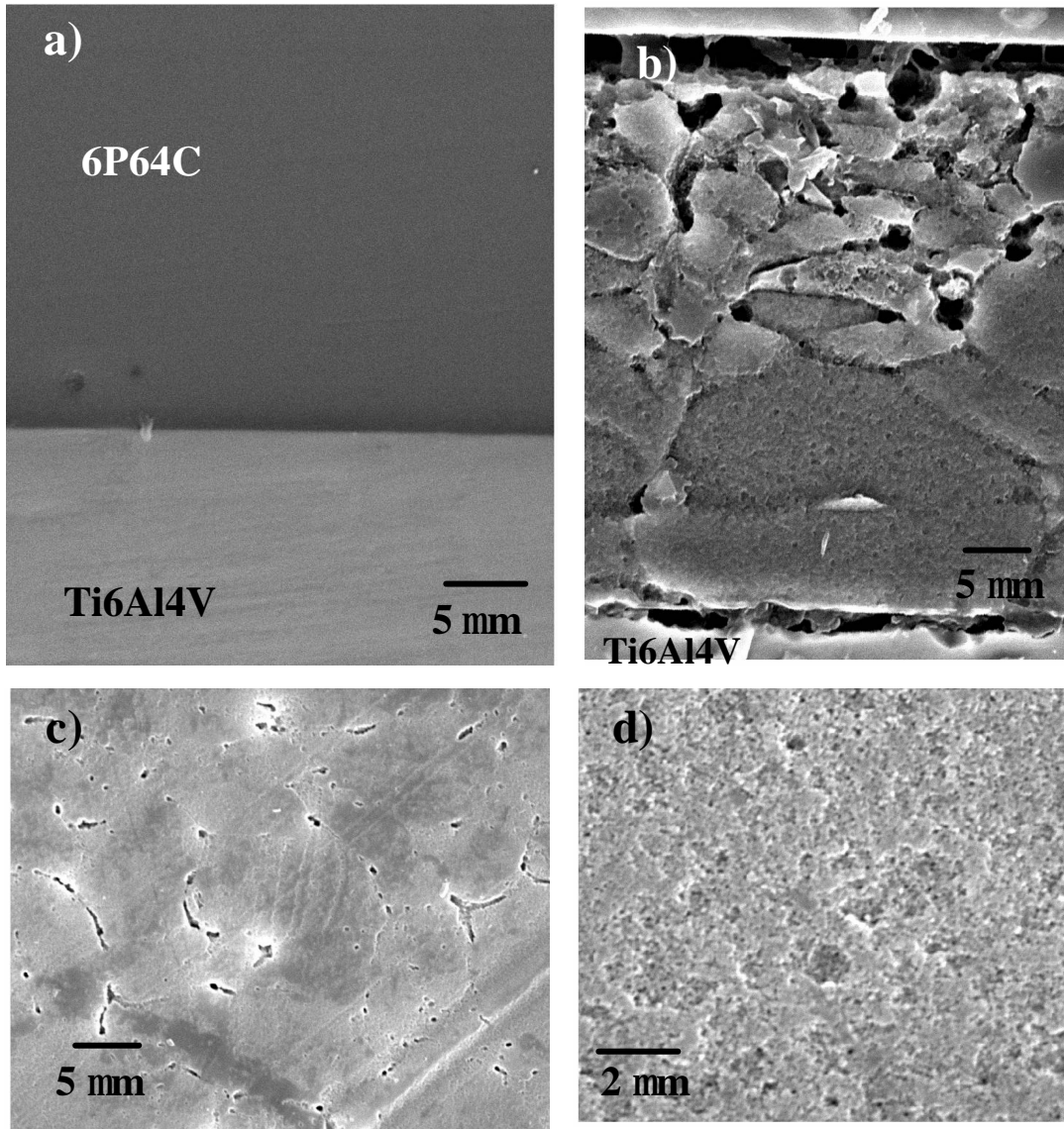


Figura 3.21. Características microestructurales del recubrimiento monocapa y de los vidrios monolíticos: a) Sección transversal del 6P64C pulido; b) Sección transversal del 6P64C pulido y atacado; c) 6P64S pulido y atacado; d) 6P64F pulido y atacado.

El patrón de difracción de rayos X mostrados en la Fig. 3.22 revela la existencia de la misma fase cristalina ($2.4\text{CaO}\cdot 0.6\text{Na}_2\text{O}\cdot \text{P}_2\text{O}_5$), también observada en los recubrimientos con diferentes tiempos de calcinación estudiados en la sección previa. El hecho de que esta fase este presente ya en el vidrio fundido (Fig. 3.8) demuestra que la pequeña devitrificación se ha presentado durante el enfriamiento después de la fusión de los óxidos. El difractograma del recubrimiento demuestra que no se produce ninguna cristalización adicional y que el porcentaje de la fase formada en el vidrio fundido no sufre ningún cambio apreciable. Los picos de titanio presentes en esta figura se deben a

la baja absorción que hace el recubrimiento del haz incidente, como consecuencia de su naturaleza amorfa, su baja densidad y su espesor.

El porcentaje volumétrico de la fase cristalina presente en el recubrimiento 6P64C utilizando el método de integración de picos de intensidad está entre 3.2 y 11.3 % en volumen. Los límites inferior y superior de este porcentaje han sido calculados a partir de los perfiles de referencia que se muestran en la Fig. 3.23 y siguiendo la metodología descrita en la sección 2.2.3.

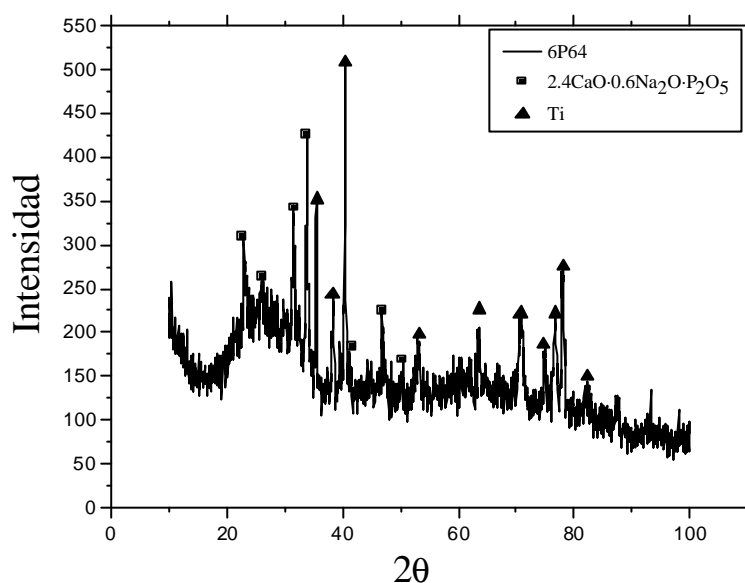


Figura 3.22. Patrón de difracción de rayos X del recubrimiento 6P64C.

3.2.2. Secuencia de daños debidos al contacto Hertziano monotónico

Los mapas de daño debido al contacto Hertziano monotónico con esferas de diferente radio y para valores de carga máxima, P_{\max} , incrementales, se presentan en la Fig. 3.24. En esta figura aparecen los resultados generados tanto en el recubrimiento como en los vidrios monolíticos, para esferas de WC-Co (radios entre 0.2 y 2.5 mm). En las Figs. 3.25 a 3.27 aparecen las morfologías de los daños que se presentan en los tres materiales, para el radio de 1.25 mm. A continuación se hace la descripción de los diferentes daños y el análisis de los mecanismos que los generan:

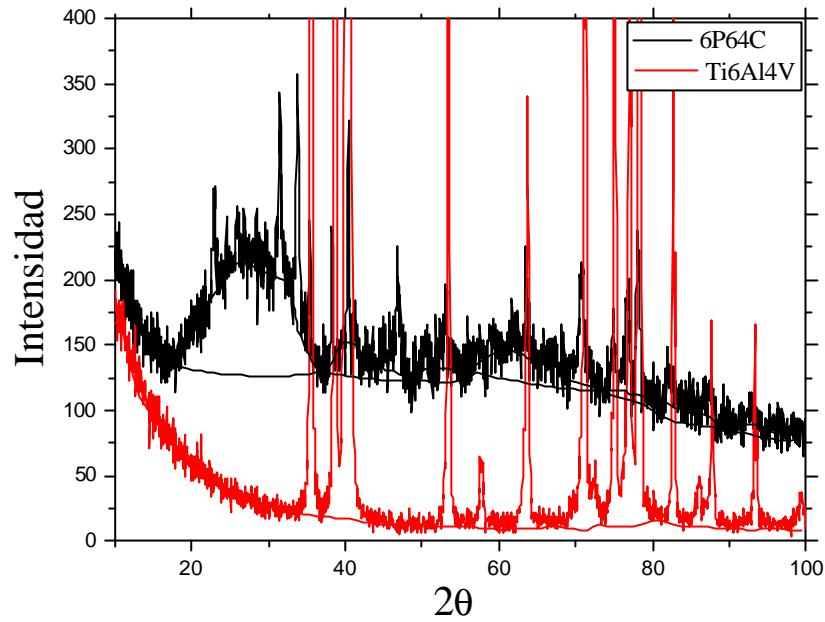


Figura 3.23. Límites de referencia para la estimación del porcentaje volumétrico de la fase cristalina $2.4\text{CaO}\cdot 0.6\text{Na}_2\text{O}\cdot \text{P}_2\text{O}_5$ mediante el método de integración de los picos de intensidad.

3.2.2.1. Fisura tipo anillo (FA)

El siguiente análisis es extensible a la fisura tipo cono (FC) ya que, a pesar de que se presenta para un carga ligeramente superior a la que produce la fisura anillo, como se observa en la Fig. 3.24, se comporta de manera similar con respecto al radio de esfera, tanto en el recubrimiento como en los vidrios monolíticos. A partir de la Fig. 3.24a es evidente que la fisura anillo es el primer daño que se produce en el recubrimiento (6P64C). Esta fisura se debe, como ya se ha comentado, a la máxima tensión radial de tracción que actúa en la superficie, justo afuera del círculo de contacto. En las Figs. 3.24b y 3.24c se nota como esta fisura anillo es también el primer daño observado tanto en el vidrio fundido (6P64F) como en el vidrio sinterizado (6P64S). Sin embargo, existen dos diferencias importantes con respecto a las condiciones de formación de la fisura anillo: 1. La carga crítica, P_{ca} , es menor en el recubrimiento, para todas las esferas utilizadas. En los vidrios monolíticos es muy similar; 2. Mientras que en los vidrios monolíticos, el valor de la carga crítica sigue de manera aproximada la ley de Auerbach con respecto al radio de esfera, $P_{ca} \propto R_e$, en el recubrimiento se observa una tendencia claramente diferente. La explicación a estas dos importantes diferencias se puede encontrar analizando la distribución de la tensión de cizalladura, t_{13} , al interior del

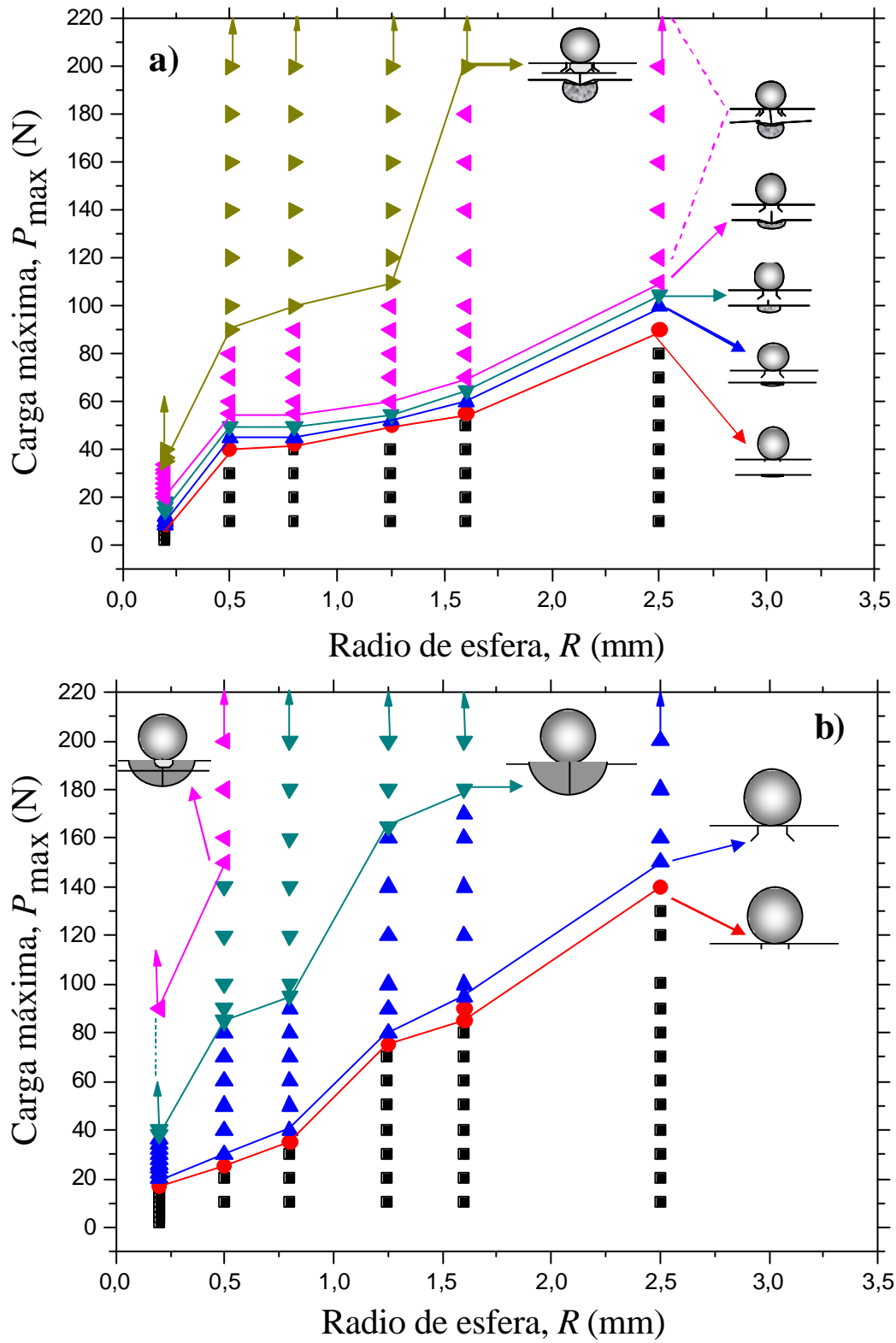


Fig. 3.24. Mapa de secuencia de daños durante el contacto Hertziano monotónico con diferentes radios de esfera: a) Recubrimiento 6P64C; b) Vidrio sinterizado 6P64S; c) Vidrio fundido 6P64F.

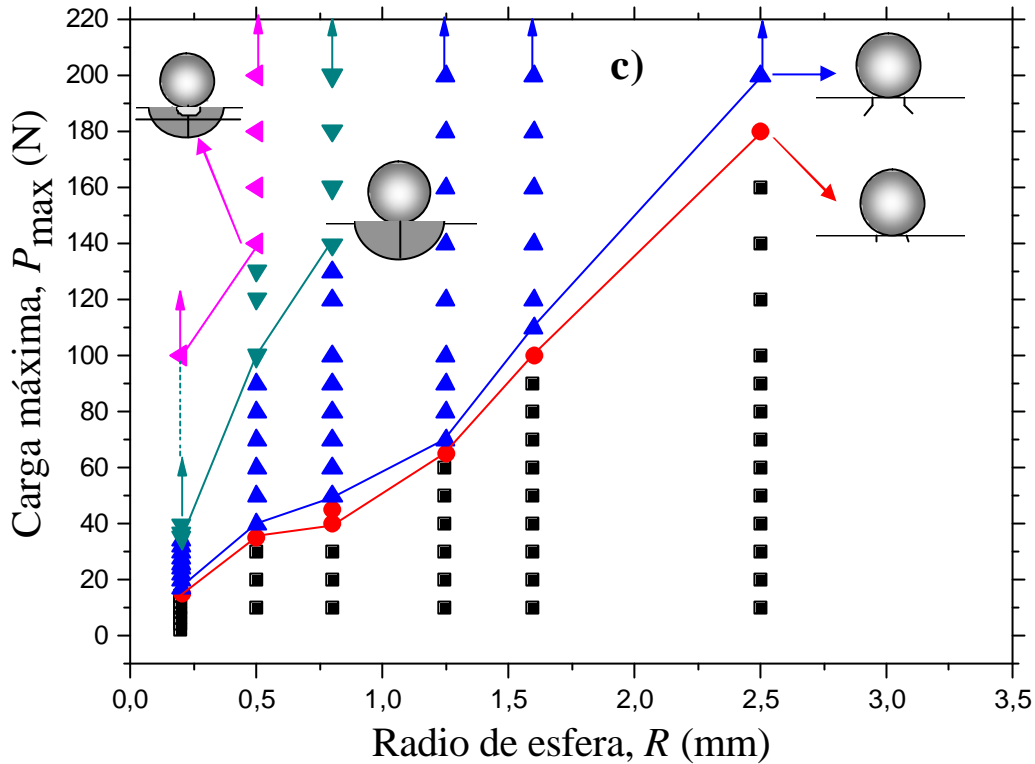


Figura 3.24. Mapa de secuencia de daños durante el contacto Hertziano monotónico con diferentes radios de esfera (cont.): c) Vidrio fundido 6P64F.

sistema recubrimiento/substrato. Para ello, se ha graficado la distribución de esta tensión sobre el eje de carga ($r = 0$ en la ec. 1.19), ya que esta tensión es la responsable de la plastificación del metal cuando alcanza el valor crítico de von Mises (ec. 1.25). En la Fig. 3.28 se presentan los gráficos de la distribución de t_{13} en función de la profundidad de la muestra, evaluada para los diferentes radios de esfera utilizados y para cargas máximas monotónicas, P_{max} , siempre menores a las que producen el anillo monotónicamente, P_{ca} . El rango de valores del modulo de Young evaluado en estas distribuciones se encuentra acotado por los valores correspondientes al recubrimiento de vidrio ($E_{6P64C} \approx 70$ GPa) y al substrato de Ti6Al4V ($E_{Ti6Al4V} \approx 120$ GPa), ya que se espera que el valor del compuesto se encuentre dentro de este rango. Esta consideración puede ser verificada utilizando los modelos de Voigt y Reuss [150] para la estimación del modulo de Young de un compuesto a partir de los valores de sus componentes y además coincide con mediciones experimentales de la barras de Ti6Al4V recubiertas, realizadas con la técnica de excitación por impulso (IET) en el modo de vibración por flexión, con la cual se obtuvo un valor de $E_{6P64C/Ti6Al4V} \approx 105$ GPa.

De la Fig. 3.28 se desprende que, según los valores de tensión de cizalladura que se inducen en el substrato metálico, justo en la intercara, el metal ha sufrido deformación plástica para una carga considerablemente menor a la que produce la primera fisura anillo en la superficie del recubrimiento. En la Fig. 3.29 se presenta una evidencia experimental de la existencia de esta deformación del metal, mediante un ensayo de flexión elástica hasta desprender el recubrimiento. En esta figura se observa claramente la presencia de la huella residual en el metal para un radio de esfera de 1.25 mm y una carga máxima justamente igual a la carga crítica, P_{ca} . La magnitud de esta deformación, antes de la formación de la fisura anillo, disminuye al incrementar el radio de la esfera, ya que también se reduce la tensión de cizalladura inducida, como se observa en la Fig 3.28. Es por esto que, al incrementar el radio de esfera (ej. 1.6 a 2.5 mm) ya el metal no plastifica con 10 N, observándose como la carga crítica, P_{ca} , tiende a un comportamiento más ajustado a la ley de Auerbach, similar al que presentan los vidrios monolíticos.

La deformación plástica prematura del substrato metálico genera un aumento en la tensión de tracción radial máxima que actúa en la superficie del recubrimiento, justo afuera del círculo de contacto, promoviendo también una formación prematura de la fisura anillo. Esto explica la clara desviación de la ley de Auerbach que presenta el recubrimiento, especialmente para los valores menores de radio de esfera.

La influencia de la deformación plástica de un substrato metálico en el campo de tensiones Hertziano que se genera en un recubrimiento frágil ya ha sido analizada por autores como Fisher-Cripps y col. [151] utilizando el método de los elementos finitos (FEM). En su trabajo, estos autores mostraron como en un recubrimiento de $Al_2O_3:40\%$ en peso de TiO_2 sobre un substrato de acero, la tensión de tracción en la superficie del recubrimiento puede verse incrementada varias veces cuando el metal ha plastificado, con respecto a la que sufriría monolíticamente.

La posibilidad de que las tensiones residuales presentes en el recubrimiento tengan alguna influencia en este comportamiento es despreciable, teniendo en cuenta que, en el caso del 6P64C, se espera que estas tensiones sean de compresión. Este aspecto se abordará más adelante.

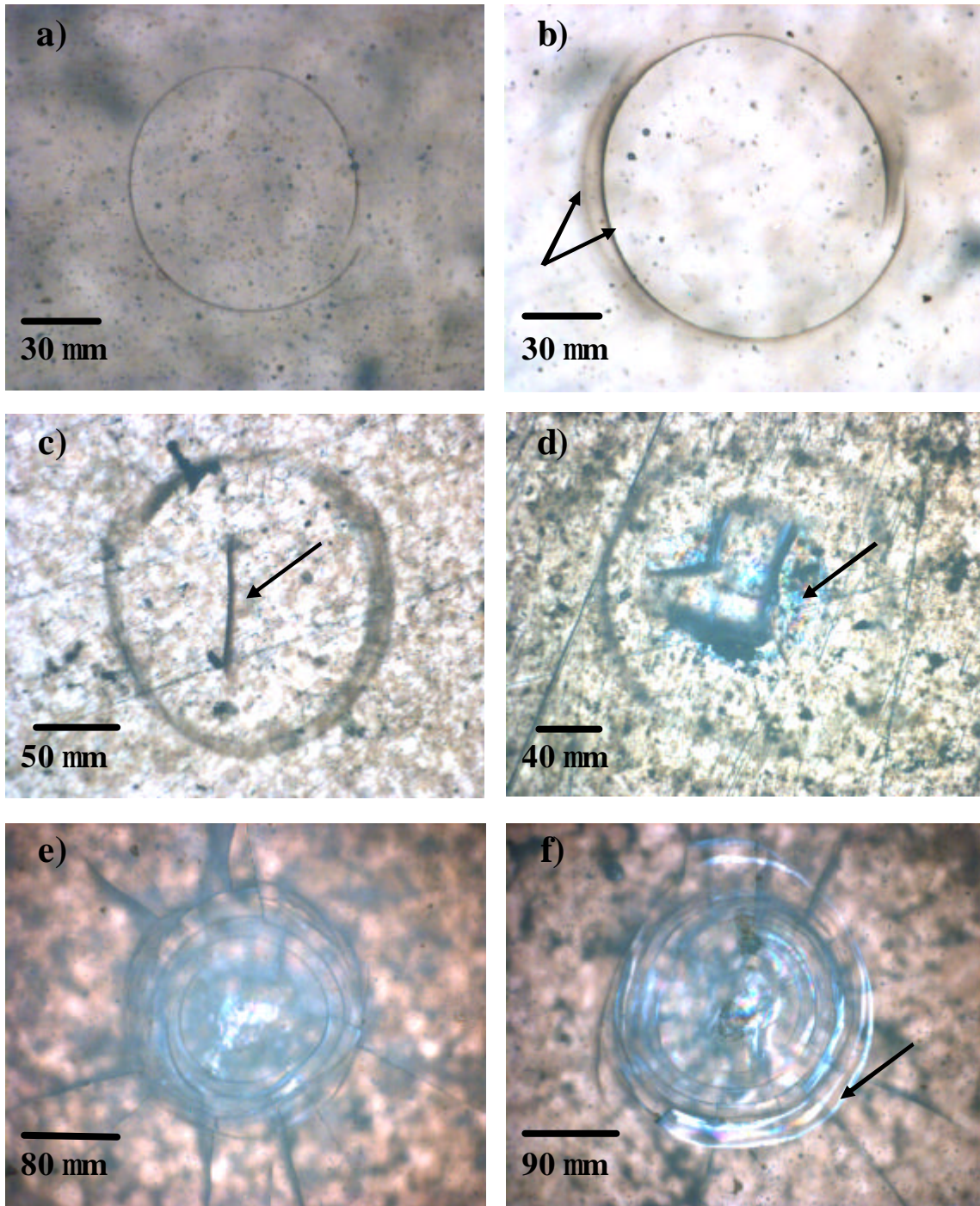


Figura 3.25. Morfología de los daños que aparecen en el recubrimiento 6P64C durante un ensayo Hertziano monotónico con un radio de esfera de WC-Co $R_e = 1.25$ mm:: a) Fisura anillo (FA), $P = 48 \pm 2$ N; b) Fisura cónica (FC), $P = 52 \pm 2$ N; c) Fisura radial (FR), $P = 55 \pm 2$ N; d) Delaminación (Del), $P = 60 \pm 3$ N; e) Anillos y conos secundarios y multifisuración radial, $P = 80 \pm 5$ N; f) Fisura lateral (FL), $P = 110 \pm 5$ N.

3.2.2.2. Fisura radial (FR)

La Fig. 3.24 muestra que el daño inmediatamente posterior a la fisura anillo, la fisura cono, es el mismo para los tres materiales y para todos los radios de esfera utilizados. Además, se observa que el comportamiento de la carga crítica para producir ambas fisuras es bastante similar en los tres materiales. En el caso del daño posterior a la fisura cono, existen diferencias importantes en la respuesta del recubrimiento y de los vidrios monolíticos, como se observa en las Figs. 3.25 a 3.27.

En el caso del recubrimiento, el daño posterior a la fisura cónica es una fisura de tipo radial (*FR*) que se presenta para una carga ligeramente mayor, P_{cr} , a la que produce el cono, P_{cc} , para todos los radios de esfera. En la Fig. 3.24a se observa como el valor de P_{cr} sigue un comportamiento con R_e similar al que presentan las cargas P_{ca} y P_{cc} . Como se mencionó antes en el apartado 3.1.2, la fisura radial en el recubrimiento se forma a partir de la intercara con el metal, sobre el eje de carga, y se debe a la tensión de flexión biaxial que se induce debido a la deformación plástica del substrato. Esta tensión de flexión que actúa en la parte inferior del recubrimiento, adherida al metal, es suficientemente alta para propagar inestablemente una fisura a partir de un defecto interfacial pre-existente, teniendo en cuenta que desde valores de carga mucho menores a P_{ca} ya se inicia la plastificación del metal, como se discutió previamente.

La posibilidad que la deformación elástica del substrato sea la responsable de esta fisura, como en los sistemas vidrio/policarbonato [96] no existe, por dos razones fundamentales: 1. El substrato es considerablemente más rígido que el recubrimiento ($E_{Ti6Al4V} \approx 120$ GPa, $E_{6P64C} \approx 70$ GPa), 2. La plastificación del substrato sucede a cargas muy pequeñas (Fig. 3.28), para las cuales ni siquiera se ha formado la fisura anillo. Nótese que la deformación plástica del substrato, que precede a la fisuración radial a partir de la parte inferior del recubrimiento, es consistente con la predicción que se puede hacer del primer daño interfacial para el sistema vidrio/Ti6Al4V a partir del mapa elaborado por Miranda [96], presentado en la Fig. 1.41.

En el caso del vidrio fundido, la formación de la fisura radial como daño posterior a la fisura cónica, se ve inhibida, especialmente para los mayores radios de esfera, como se ve en la Fig. 3.24b. Esta inhibición se debe a la transición que se presenta, de daño debido a indentación roma (*blunt*) al daño debido a indentación puntiaguda (*sharp*).

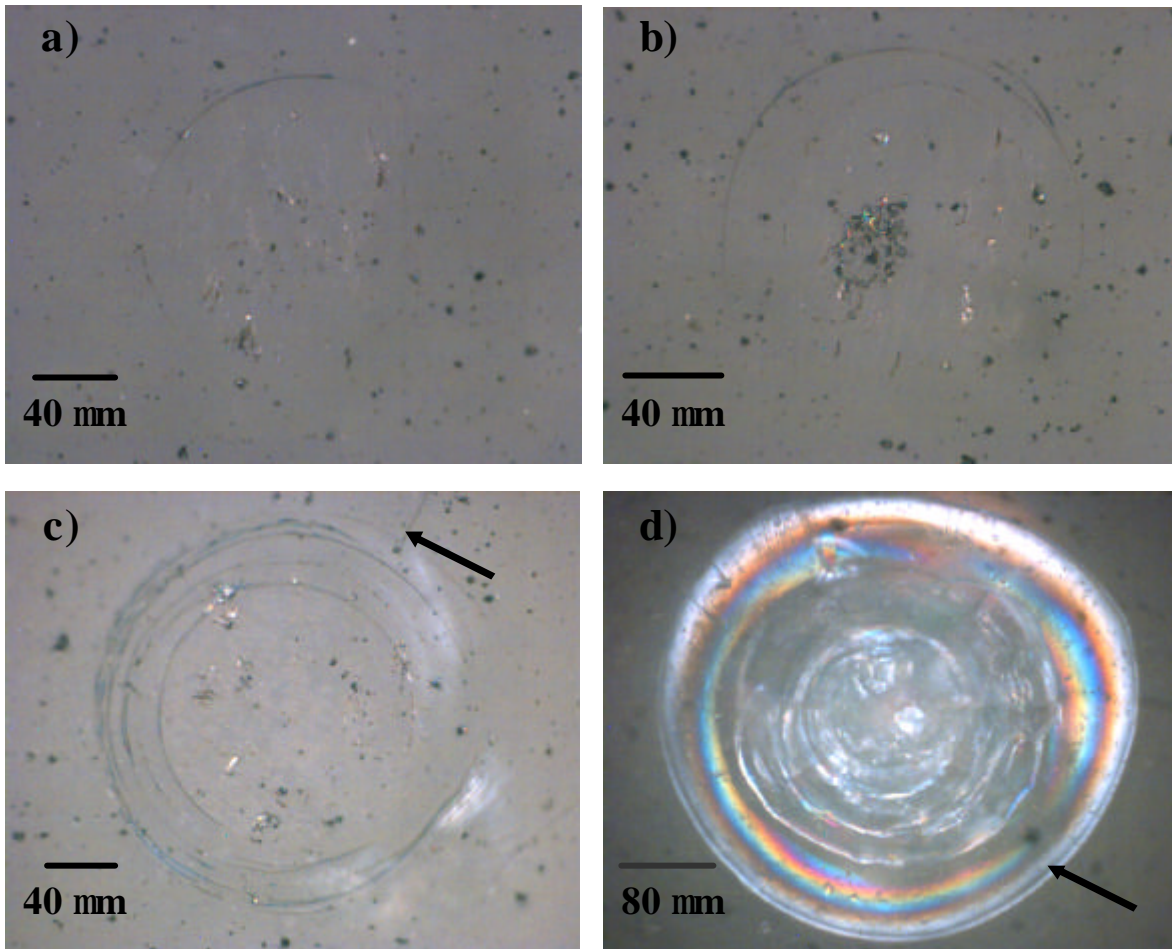


Figura 3.26. Morfología de los daños que aparecen en el vidrio sinterizado 6P64S durante un ensayo Hertziano monotónico con un radio de esfera de WC-Co $R_e = 1.25$ mm: a) Fisura anillo (FA), $P = 75 \pm 5$ N; b) Fisura cónica (FC), $P = 85 \pm 5$ N; c) Fisura radial (FR), $P = 165 \pm 10$ N; d) Fisura lateral (FL), $P = 150 \pm 10$ N, $R = 0.50$ mm.

Para los radios de esfera más pequeños, la formación de la fisura radial se debe a la similitud del volumen de la deformación inelástica debajo de la zona de contacto con el que produce un indentador puntiagudo. De esta forma, como sucede en la indentación Vickers, la tensión de tracción que se induce por el desajuste entre el volumen inelástico y el volumen circundante deformado elásticamente, produce la fisura radial debajo de la zona de contacto y sobre el eje de carga. Esta fisura puede incluso alcanzar la superficie durante la fase de descarga, cuando el volumen deformado inelásticamente es suficientemente grande. De otro lado, cuando el radio de esfera supera el valor crítico para la transición a daño tipo romo, la tensión máxima de cizalladura debajo de la zona de contacto no es suficiente para producir una deformación inelástica que induzca la

fisura radial y, por el contrario, la tensión radial de tracción máxima en la superficie es suficiente para generar fisuras anillo y cono. La Fig. 3.24b indica entonces que, para valores de P_{\max} menores a 200 N, el radio de esfera de transición para el vidrio fundido estaría entre 1.25 y 1.6 mm.

En el vidrio sinterizado también se presenta la transición de indentador puntiagudo a romo pero para un radio de esfera mayor, como se aprecia en la Fig. 3.24c. Esta tendencia del vidrio sinterizado está probablemente asociada a un mayor volumen de la deformación inelástica debajo de la zona de contacto debido al posible daño cuasi-plástico que se genera por la microfisuración de este vidrio, que no es el caso del vidrio fundido. Esta microfisuración puede permitir un daño permanente debajo de la zona de contacto como el explicado en la sección 1.7 del capítulo 1. En la Fig. 3.30, se presenta la microfisuración entre las partículas sinterizadas más pequeñas, concentradas en la superficie del recubrimiento debido a la operación de sedimentación previo a la calcinación. En el caso del vidrio monolítico sinterizado estas microfisuras tendrán una distribución uniforme en el volumen ya que las partículas han sido exhaustivamente homogenizadas antes de ser prensadas y sinterizadas. La Fig. 3.31 muestra la superficie post-fractura de una muestra de vidrio sinterizado en la cual se habían formado fisuras radiales. En ella se observa la magnitud del volumen de la deformación inelástica debajo del contacto, responsable de la fisuración radial, que en un vidrio común es generalmente más pequeño. El efecto de este daño cuasi-plástico es el aumento en el daño inelástico total y, por tanto, el aumento del radio de esfera de transición al daño romo, que en este caso estaría entre 1.6 y 2.5 mm, según la Fig. 3.24c.

3.2.2.3. Delaminación (*Del*)

En las Figs. 3.24a y 3.25 se nota que este daño por delaminación se presenta en el recubrimiento, posterior a la fisura radial, para todos los radios de esfera. El comportamiento de la carga crítica para este daño, P_{cdel} , con el radio de esfera es similar al mostrado por las cargas críticas que producen los daños previamente estudiados en el recubrimiento. La detección experimental de este daño se hace con la aparición en la intercara de un patrón de colores debido a la descomposición del espectro de luz blanca, cuando se enfoca el microscopio óptico en dicha intercara. Este patrón tiene

inicialmente una forma curva y se localiza fuera del eje de carga (Fig. 3.32a) y va definiendo su forma circunferencial definitiva con el incremento de la carga como se aprecia en la Fig.3.32d. Nótese también como las fisuras radiales pre-existentes antes de la delaminación, aumentan en número y longitud con el aumento de carga y como determinan el avance del patrón de colores al interior.

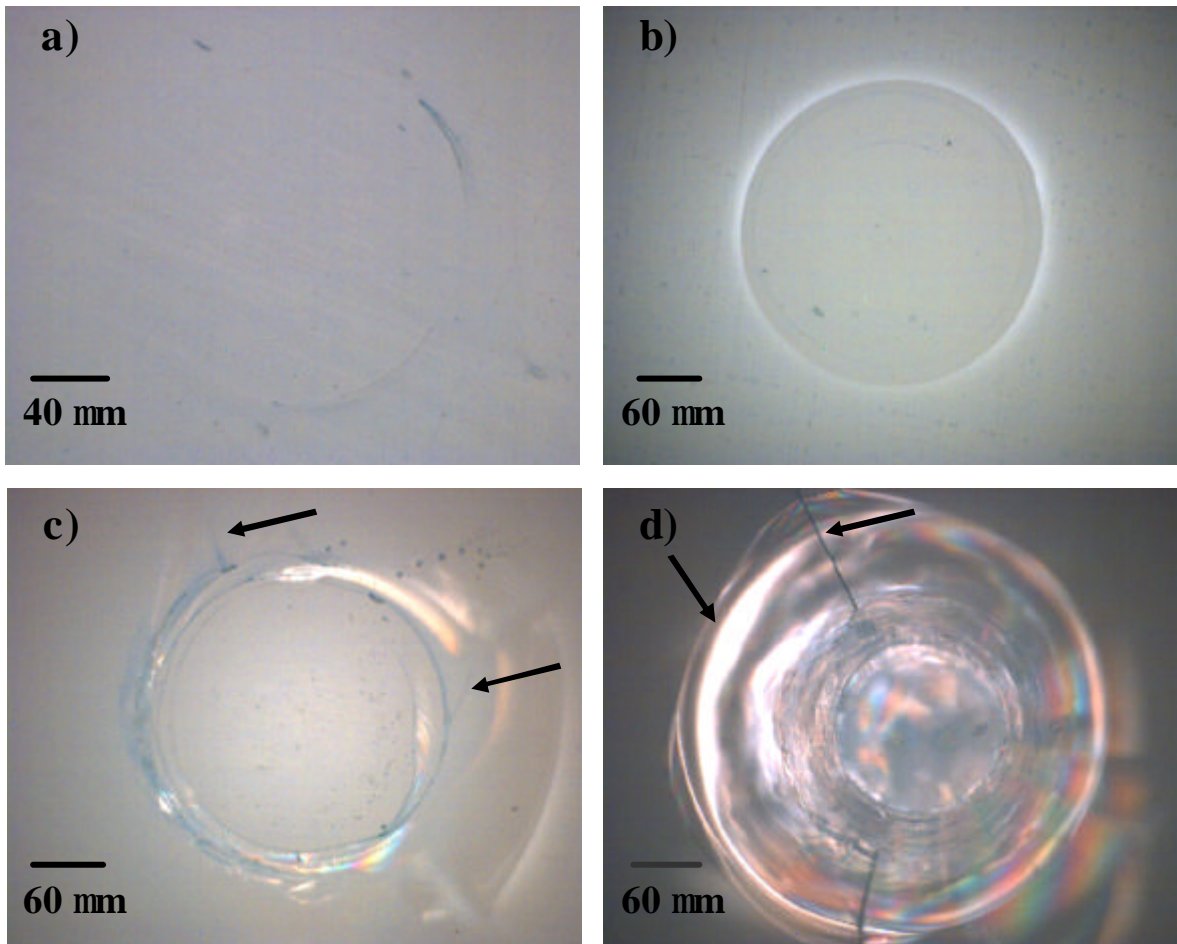


Figura 3.27. Morfología de los daños que aparecen en el vidrio fundido 6P64F durante un ensayo Hertziano monotónico con un radio de esfera de WC-Co $R_e = 1.25$ mm:: a) Fisura anillo (FA), $P = 70 \pm 5$ N; b) Fisura cónica (FC), $P = 80 \pm 5$ N; c) Fisura radial (FR), $P = 140 \pm 10$ N, $R = 0.80$ mm; d) Fisura lateral (FL), $P = 140 \pm 10$ N, $R = 0.50$ mm.

El patrón de colores concéntricos que se forma finalmente es el conocido fenómeno de “anillos de Newton” el cual resulta de la interferencia entre las ondas que reflectan de dos superficies que están separadas por una película delgada con espesor variable de un medio con diferente índice de refracción, n_r . En este caso, la película de separación entre el recubrimiento y el substrato es de vacío, que al ser un medio de baja densidad

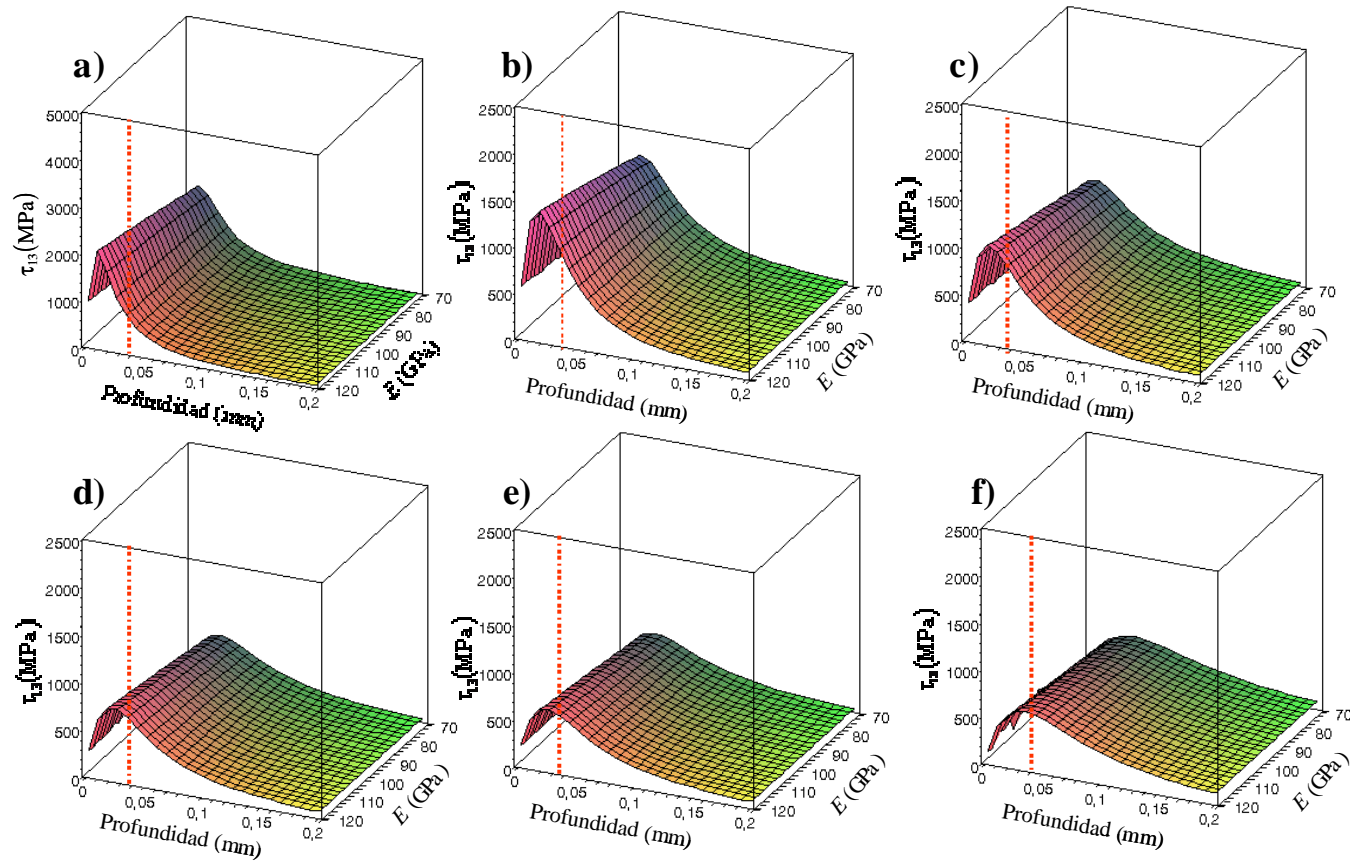


Figura 3.28. Distribución de la tensión principal de cizalladura, t_{13} , con diferentes radios de esfera y cargas de contacto, para valores del módulo de Young entre el del vidrio y el del Ti6Al4V: a) $R_e = 0.2$ mm, $P = 5$ N; b) $R_e = 0.5$ mm, $P = 10$ N; c) $R_e = 0.8$ mm, $P = 10$ N; d) $R_e = 1.25$ mm, $P = 10$ N; e) $R_e = 1.6$ mm, $P = 10$ N; f) $R_e = 2.5$ mm, $P = 20$ N. Nótese que todos los valores en la intercara superan la tensión de von Mises para el Ti6Al4V, $t_{\max} = Y/2$ con $Y_{\text{Ti6Al4V}} = 925$ MPa.

tiene un valor de $n_r \cong 1$ [152]. El fenómeno de interferencia se produce entre la onda reflectada desde la superficie superior de la película de vacío (intercara vacío/vidrio) y la que, después de transmitirse a través de la película, se ve reflectada desde la superficie inferior (intercara vacío/substrato). Los colores observados se deben a que la fuente de luz es policromática (blanca) y la descomposición de su espectro en los máximos y mínimos de interferencia se presenta en una gama repetida de colores desde el violeta al rojo. Cuando la fuente es monocromática, los máximos y mínimos de interferencia se presentan como franjas claras y oscuras, respectivamente.

El patrón de colores de interferencia observado experimentalmente debido a la delaminación del recubrimiento permite destacar algunas características importantes asociadas al mecanismo del daño: 1. La existencia de este patrón de colores indica que el espesor de la película de separación entre el recubrimiento y el substrato es muy delgada y se encuentra dentro del intervalo de las longitudes de onda de los colores observados (400 a 700 nm). En general, el espesor de separación es variable ya que no se puede observar claramente la secuencia de colores de violeta a rojo, en máximos y mínimos, como se aprecia en el ensayo típico de anillos de Newton, cuando el espesor es constante circunferencialmente y aumenta de manera radial formando una película en forma de cuña (Fig. 3.33). Cualquier posible reducción en el espesor del recubrimiento en la zona de contacto debida a la acumulación de daños previos (fisuras cónica y radial) es demasiado pequeña para tener alguna influencia en el fenómeno de interferencia observado; 2. El color blanco que predomina en el exterior del patrón de colores circunferencial (Fig. 3.32d), con algunas marcas azules, se debe a que la película de separación es más gruesa en esa zona, haciendo que el fenómeno sea menos efectivo. Por el contrario, el centro del patrón es oscuro ya que las superficies del recubrimiento y el substrato están en contacto íntimo, sin presencia de una película suficiente que permita que la reflexión de las ondas se presente. Se observa también como el centro está claramente rodeado por el color violeta lo que implica que la película en esta zona es más delgada que en el resto del patrón, ya que este color corresponde a la longitud de onda más pequeña del espectro visible (400 nm). Por lo tanto, la zona externa de la película de vacío que genera el patrón de colores (Fig. 3.32d) es más gruesa y la zona interna es más delgada.

El hecho de que los colores observados entre el centro y el exterior del patrón de interferencia no sean consecutivos en términos de las longitudes de onda (violeta a rojo), implica que el espesor de la película de separación entre el recubrimiento y el sustrato es claramente irregular. Esta irregularidad se presenta tanto en la dirección radial como en la tangencial, confirmando la variabilidad del espesor de la película en ambas direcciones. La variabilidad del espesor de la película de separación puede estar asociada a la buena adherencia del recubrimiento y la consecuente dificultad en producir una separación completa del sustrato.

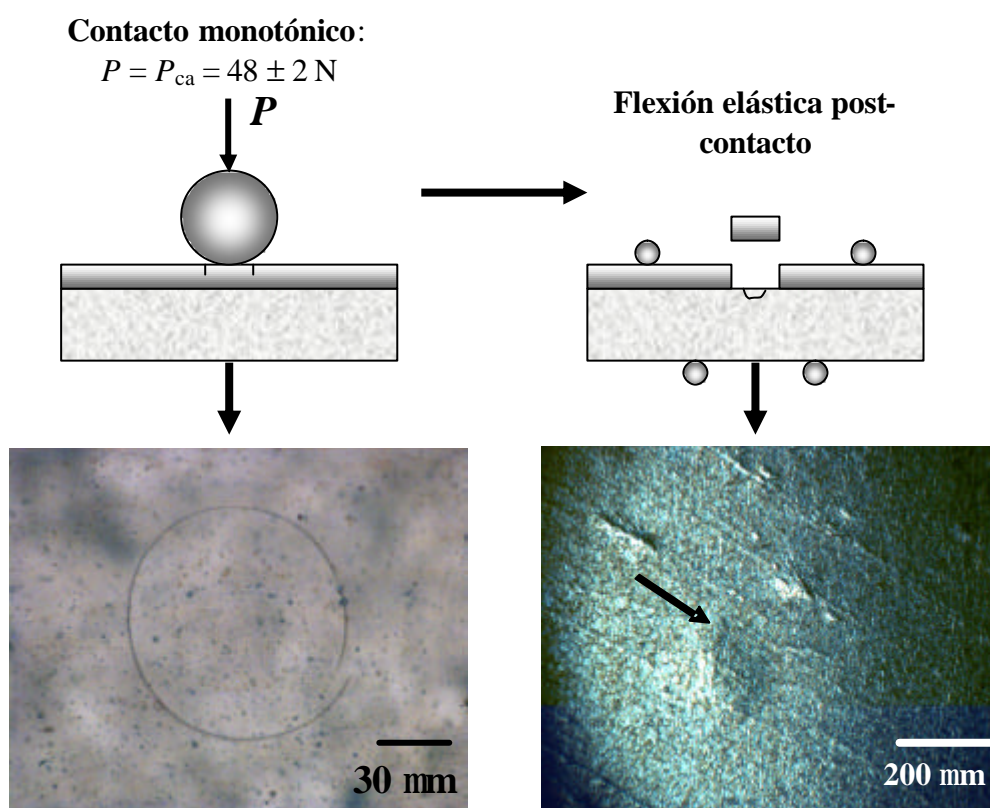


Figura 3.29. Esquema del procedimiento de flexión elástica de una barra para verificar la presencia de huella residual en el sustrato debida a la deformación plástica simultánea a la formación de la fisura anillo en el recubrimiento.

Al igual que en la formación de la fisura radial, la deformación plástica del sustrato juega el papel más importante en la delaminación del recubrimiento. La magnitud de esta deformación para la carga crítica que produce la delaminación, P_{cdel} , es considerable teniendo en cuenta que ya desde cargas incluso inferiores a las que producen la fisura anillo por primera vez ya se observa una pequeña huella residual en

el sustrato (Fig. 3.29). Como cabría esperar, la huella residual en el sustrato para la carga crítica $P_{c\text{del}}$ observada siguiendo el procedimiento de flexión elástica pos-indentación (Fig. 3.34), es claramente mayor que la que se presenta en la Fig. 3.29.

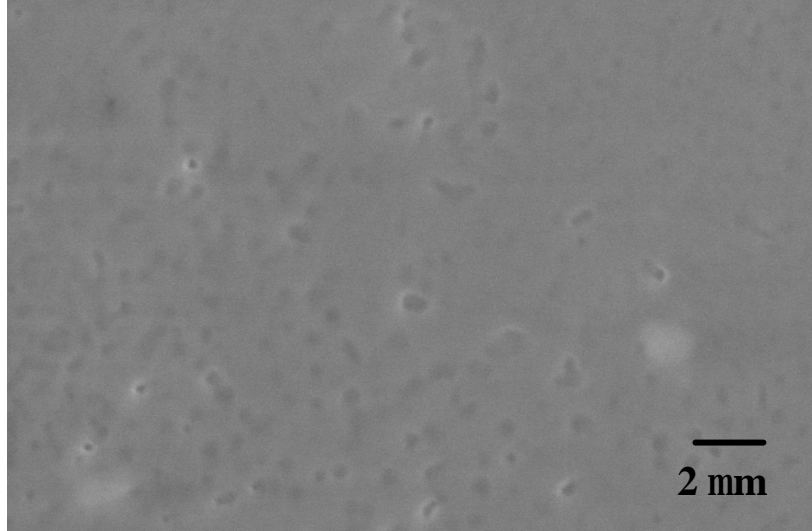


Figura 3.30. Microfisuración superficial del recubrimiento 6P64C observada mediante microscopía electrónica de barrido ambiental.

Considerando el análisis previo sobre el patrón de interferencia debido a la película de separación entre el recubrimiento y el sustrato, y la magnitud de la deformación plástica del metal, se propone un mecanismo para la delaminación del recubrimiento el cual se esquematiza en la Fig. 3.35. Durante la fase de carga, la deformación plástica del metal alcanza una magnitud capaz de inducir una tensión de cizalladura entre el recubrimiento y el sustrato, en el borde de la huella en el metal, que produce la primera delaminación (Fig. 3.32a). Esta tensión de cizalladura se debe al desajuste en la deformación elástica entre el recubrimiento y el sustrato que actúa sobre algún defecto interfacial favorablemente ubicado en esa zona. Con el incremento en la carga, la deformación plástica del sustrato es mayor y, por tanto, las fisuras radiales aumentan en número y en longitud. Todo esto favorece que la delaminación externa incipiente se acerque cada vez más al interior, formando un patrón de colores circunferencial cada vez más definido, que va desde el exterior hacia el interior de la huella residual en el metal, hasta verse detenido en la cara de alguna fisura radial (Fig. 3.32c).

Cuando la carga aplicada es suficientemente grande, el patrón circunferencial de colores se completa ya que, además de la magnitud de la deformación plástica del metal, se han

producido un número suficiente de fisuras radiales que permiten la delaminación en todas las direcciones (Fig. 3.32d). Por tanto, teniendo en cuenta que el papel de la recuperación elástica del recubrimiento durante la descarga será mínimo debido a la multifisuración presente (cónica y radial), la delaminación se presenta básicamente durante la fase de carga.

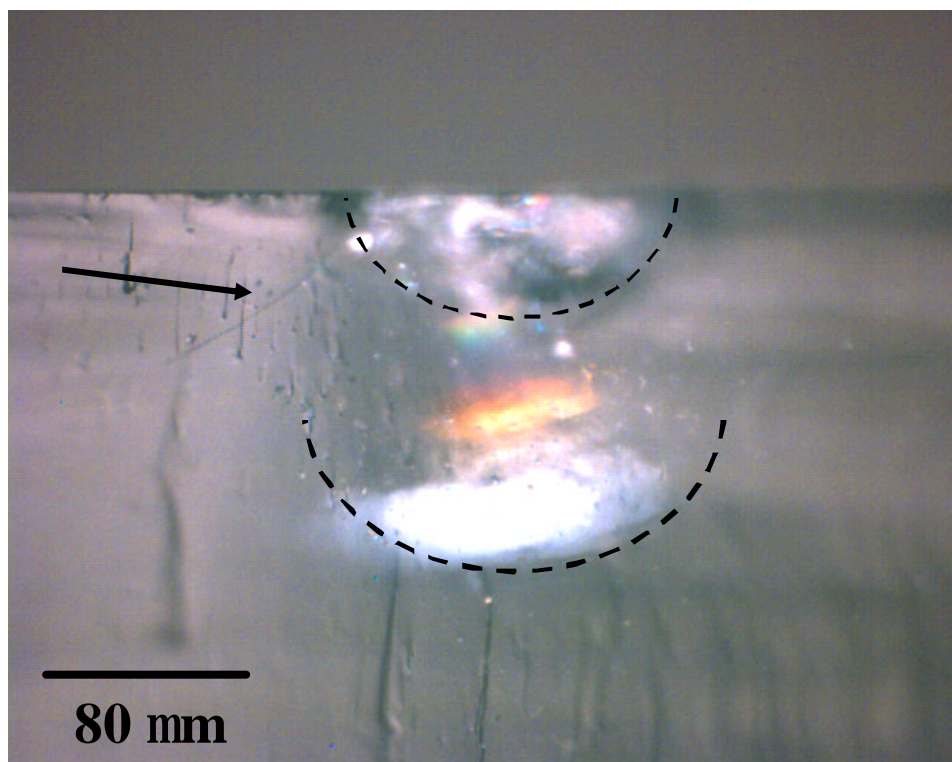


Figura 3.31. Superficie de fractura debajo de la zona de contacto de una muestra de vidrio sinterizado 6P64S con fisuras radiales.

3.2.2.4. Fisura lateral (*FL*)

La formación de fisuras laterales debido al contacto sobre un material frágil se asocia normalmente a la etapa de la descarga de un indentador puntiagudo como el Vickers, tal que estas fisuras completan el bien conocido patrón de fisuración media-radial y lateral que ya fue descrito en el sección 2.3.2. La aparición de esta fisura después de una indentación Vickers se atribuye al campo residual debido al desajuste entre el volumen de la deformación inelástica debajo de la huella de la indentación y la recuperación elástica del volumen circundante.

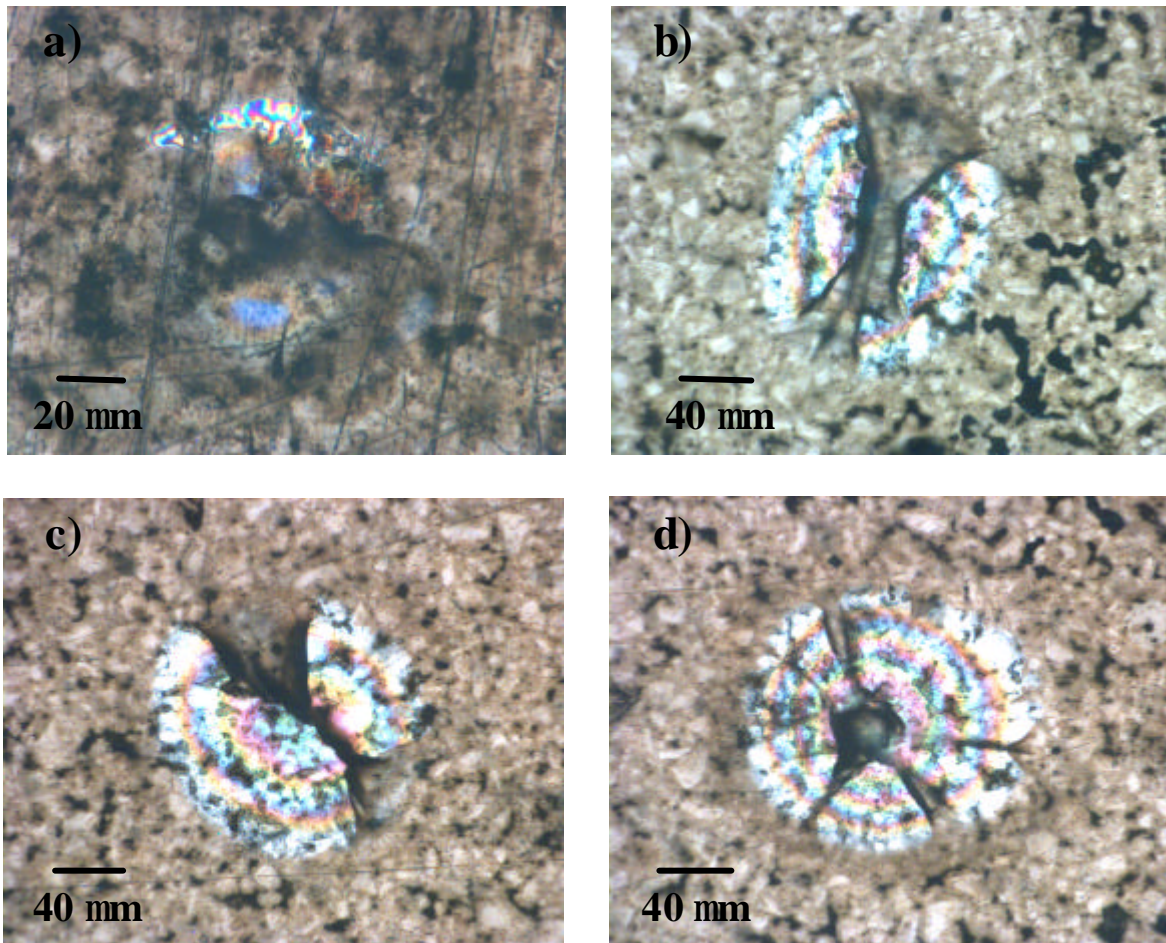


Figura 3.32. Evolución del patrón de interferencia debido a la delaminación del recubrimiento 6P64C durante cargas Hertzianas monotónicas: a) Carga crítica para delaminar, $P_{\text{cdel}} = 60 \pm 3 \text{ N}$; b) $P = 70 \text{ N}$; c) $P = 75 \text{ N}$; d) $P = 80 \text{ N}$.

La fisura lateral que se forma en el recubrimiento debido al contacto Hertziano, que se presenta especialmente para los radios de esfera más pequeños (Fig. 3.24a), se debe a un mecanismo similar al descrito previamente para una indentación Vickers en un monolítico frágil. En el análisis de la formación de la fisura radial en los vidrios monolíticos se comentó la transición del daño, para radios de esfera muy pequeños y cargas suficientemente grandes, de indentador romo a indentador puntiagudo. La fisura lateral que se presenta en el recubrimiento obedece al mismo tipo de transición. Es así como, para los radios de esfera más pequeños y cargas suficientemente grandes aplicadas, se produce un volumen de deformación inelástica, como sucede en los vidrios monolíticos, pero de magnitud diferente debido a la diferente naturaleza del volumen elástico circundante. La formación de la fisura lateral en el recubrimiento

aparece también durante la descarga y es el resultado de una fuerza conductora residual también de diferente naturaleza a la que se presenta en aquellos. Esta fuerza conductora resulta de la interacción entre la deformación inelástica del recubrimiento y la recuperación elástica total del sistema durante la descarga. El campo de tracción residual que se genera es complejo ya que el recubrimiento está altamente fisurado, tanto en la zona de contacto como en la intercara, y el sustrato está deformado plásticamente. Todo esto hace que se desconozca tanto la magnitud de la deformación inelástica en el recubrimiento como la magnitud de la recuperación elástica del sistema circundante durante la descarga. El hecho de que la fisura lateral se haya formado en un plano paralelo tanto a la superficie como a la intercara, intermedio entre ellos, indica que la base del volumen deformado inelásticamente no ha alcanzado el sustrato. En el caso contrario, la fisura lateral puede propagar por la intercara, si esta es débil, como fue observado por Chiang y col. [153] en recubrimientos delgados y frágiles sobre sustratos rígidos sometidos a indentación Vickers para estimar su adherencia.

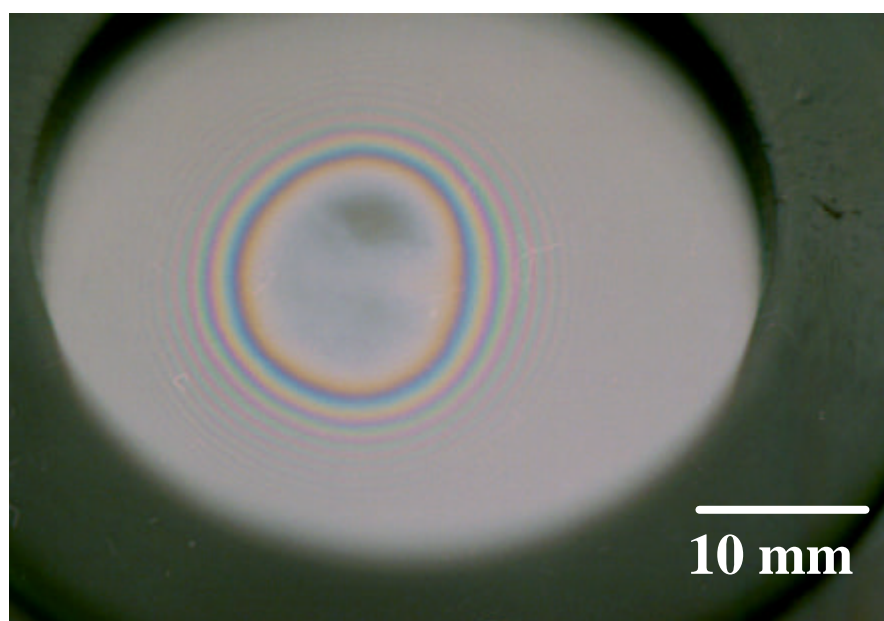


Figura 3.33. Demostración experimental clásica de los anillos de Newton mediante el contacto de una lente convexa sobre un vidrio plano haciendo incidir una fuente de luz policromática [152].

En la Fig. 3.24a se nota claramente la mayor dificultad para la aparición de la fisura lateral al incrementar el radio de esfera. Esto se debe a que, tanto la deformación inelástica del recubrimiento como la deformación plástica del metal disminuyen, resultando en un menor campo residual de tracción que promueva la fisura lateral. Esta

mayor dificultad en la formación de esta fisura denota la transición del daño por indentador puntiagudo al daño por indentador romo, tal que el radio de transición por debajo de 200 N esta entre 1.6 y 2.5 mm.

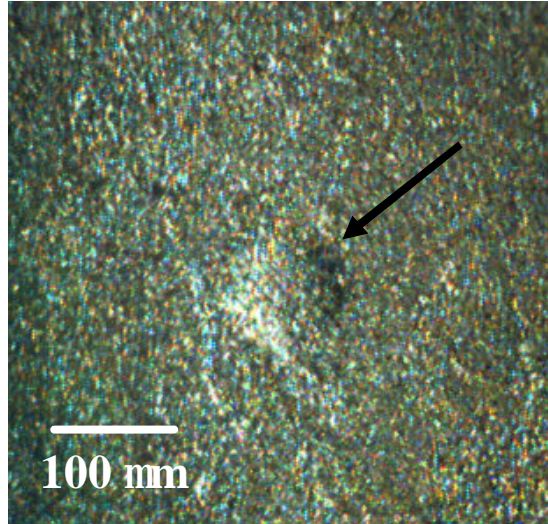


Figura 3.34. Huella residual en el substrato debido a la deformación plástica durante la delaminación por contacto Hertziano monotónico. Observación después de flexión elástica de una barra recubierta.

La comparación del comportamiento de la carga crítica para la fisura lateral, P_{cl} , en los vidrios monolíticos (Figs. 3.24b y 3.24c) con respecto al comportamiento en el recubrimiento, muestra diferencias importantes. En el caso de los monolíticos, la formación de esta fisura no solo se ve inhibida a partir de radios de esfera menores con respecto a lo que sucede en el recubrimiento (radio de transición entre 0.5 y 0.8 mm), sino que además, para los radios de esfera para los que se produce (0.2 y 0.5 mm), la carga crítica es considerablemente mayor. Estas dos diferencias denotan el papel determinante de la deformación plástica del metal en la formación de esta fisura en el recubrimiento. La magnitud de esta deformación plástica, iniciada desde cargas muy inferiores al valor de P_{cl} , aumenta la deformación inelástica del recubrimiento. Esta mayor deformación inelástica, con respecto a la que se produce en los vidrios monolíticos, genera un campo residual de tracción mayor durante la descarga, por la interacción con la recuperación elástica del sistema. Esto puede suceder, a pesar de que esta recuperación elástica del sistema podría considerarse *a priori* menor que la de los monolíticos, teniendo en cuenta la magnitud de la fisuración del recubrimiento, la

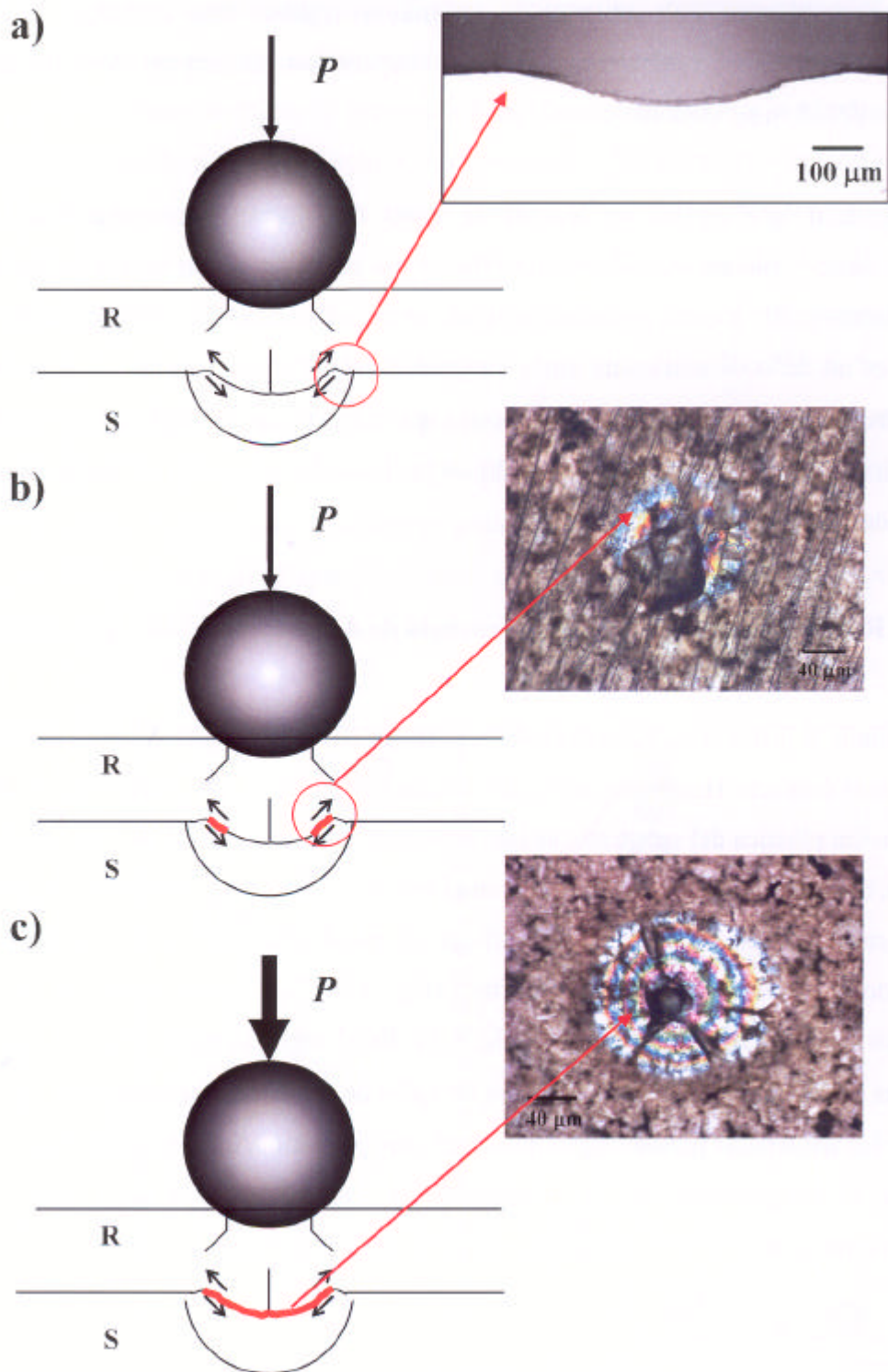


Figura 3.35. Esquema del mecanismo de la delaminación durante el contacto Hertziano monotónico: a) Inicialmente se induce una tensión de cizalladura en los bordes de la huella residual en el sustrato (el apilamiento aparece exagerado). Esta tensión se ve favorecida por las fisuras radiales; b) Para una carga mayor, la tensión de cizalladura alcanza un valor crítico y se inicia la delaminación; c) Finalmente se completa la delaminación en toda el área de la huella residual. La sección transversal en a) corresponde a un ensayo con sobrecarga.

deformación plástica del sustrato y su mayor rigidez. Sin embargo, cualquier aseveración acerca de la magnitud de esta recuperación elástica requiere un análisis detallado debido a su evidente complejidad.

Cabe destacar que en las secuencias de daño descritas previamente, tanto en el recubrimiento como en los vidrios monolíticos, no se ha tenido en cuenta la formación de las fisuras anillo y cono secundarias. Esta omisión se ha debido fundamentalmente a que no es un daño determinante en la integridad del sistema. Además, su aparición es muy sensible al radio de esfera utilizado, lo que dificulta su ubicación en un mapa de daño. Sin embargo, en los mapas de daño de las Figs. 3.24a y 3.36 se ilustra entre que valores de carga crítica se presentan.

3.2.2.5. Resumen comparativo de la secuencia de daños

Para resumir la influencia, tanto del sustrato metálico en la respuesta del recubrimiento de vidrio al contacto Hertziano, como del recubrimiento en la generación de la primera deformación plástica del sustrato, se han elaborado dos mapas de daño comparativo: el primero, compara la secuencia de daños en el recubrimiento y en los vidrios monolíticos con la carga crítica teórica para plastificar el metal, P_{ys} , con y sin recubrimiento, utilizando la esfera de WC-Co de 1.25 mm (Fig. 3.36), que es un valor intermedio de los radios de esfera en los mapas de la Fig. 3.24. En el segundo mapa (Fig. 3.37) se hace la misma comparación, pero esta vez para un radio de punta de diamante de 25 μm , para analizar las tendencias para un radio de esfera muy pequeño. Además, en la Fig. 3.38, se presenta la comparación de la morfología de los daños producidos tanto en el recubrimiento como en los vidrios monolíticos, para este mismo radio de esfera de 25 μm .

En la Fig. 3.36 se evidencia claramente la influencia del sustrato en la formación prematura de la fisura anillo en la superficie del recubrimiento. Además, la presencia del sustrato promueve un deterioro posterior mucho más severo del recubrimiento (fisuras cónica, radial y delaminación) hasta la aparición de las fisuras cónicas secundarias. Por el contrario, en el vidrio monolítico fundido (6P64F) el único daño posterior a las fisuras anillo y cónica, son las fisuras cónicas secundarias. En el vidrio

sinterizado (6P64S), después de estas fisuras secundarias aparecen pequeñas fisuras radiales, las cuales requieren un importante incremento de carga. Este detrimento en la respuesta del recubrimiento por la presencia del substrato se produce a expensas de la protección de este último con respecto a generación de la primera deformación plástica. Esto se demuestra al comparar la carga crítica teórica para producir la primera deformación plástica en la aleación sin recubrimiento, $P_{yTi6Al4V} \approx 2.7 \text{ N}$, calculada a partir de las ecs. (1.14) y (1.26), con la misma carga crítica en presencia del recubrimiento, $P_{y6P64C/Ti6Al4V} \approx 10 \text{ N}$, estimado a partir de la distribución de la tensión τ_{13} al interior del sistema (Fig. 3.28). Se puede concluir entonces que, el recubrimiento monocapa 6P64C, además de mejorar el comportamiento superficial del implante con respecto al tejido y al ambiente fisiológico, protege el implante del daño producido por cargas concentradas debido al apantallamiento que hace de las tensiones que producen la deformación plástica del metal.

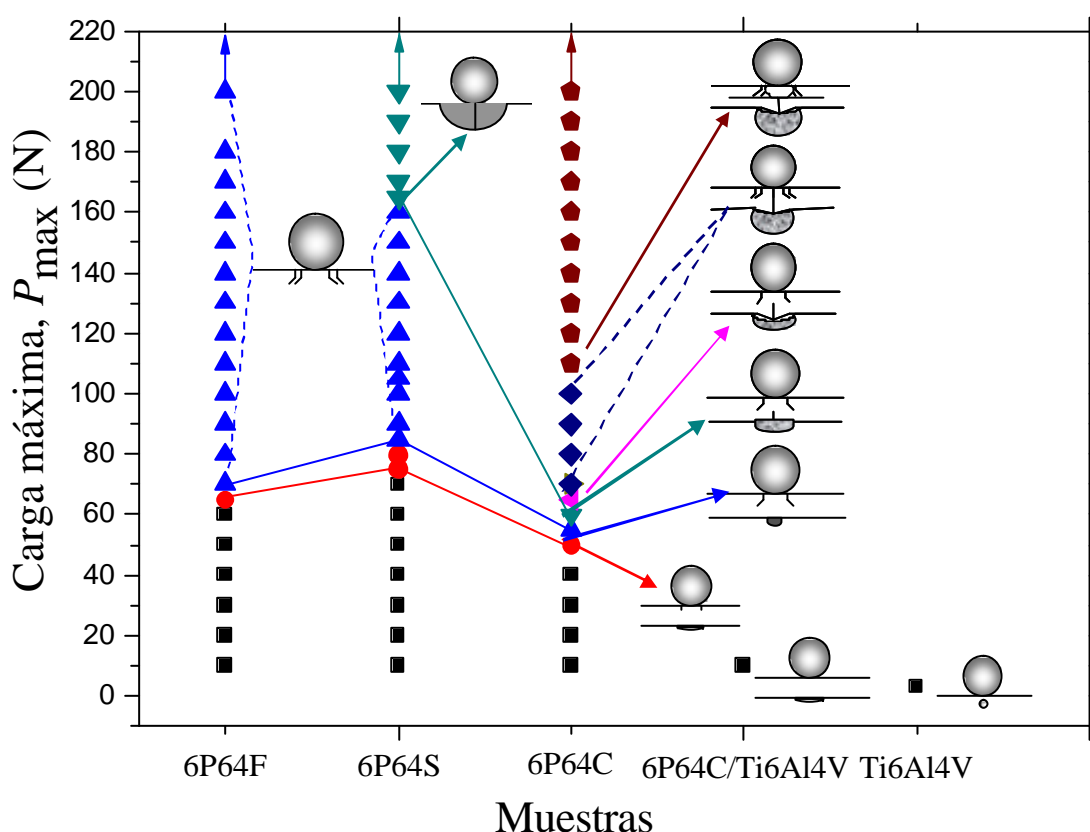


Figura 3.36. Mapa comparativo de la secuencia de daños durante el contacto Hertziano monotónico sobre el recubrimiento y los vidrios monolíticos para un radio de esfera de WC-Co de 1.25 mm. Incluye también las cargas críticas teóricas para la plastificación de la aleación Ti6Al4V con y sin recubrimiento.

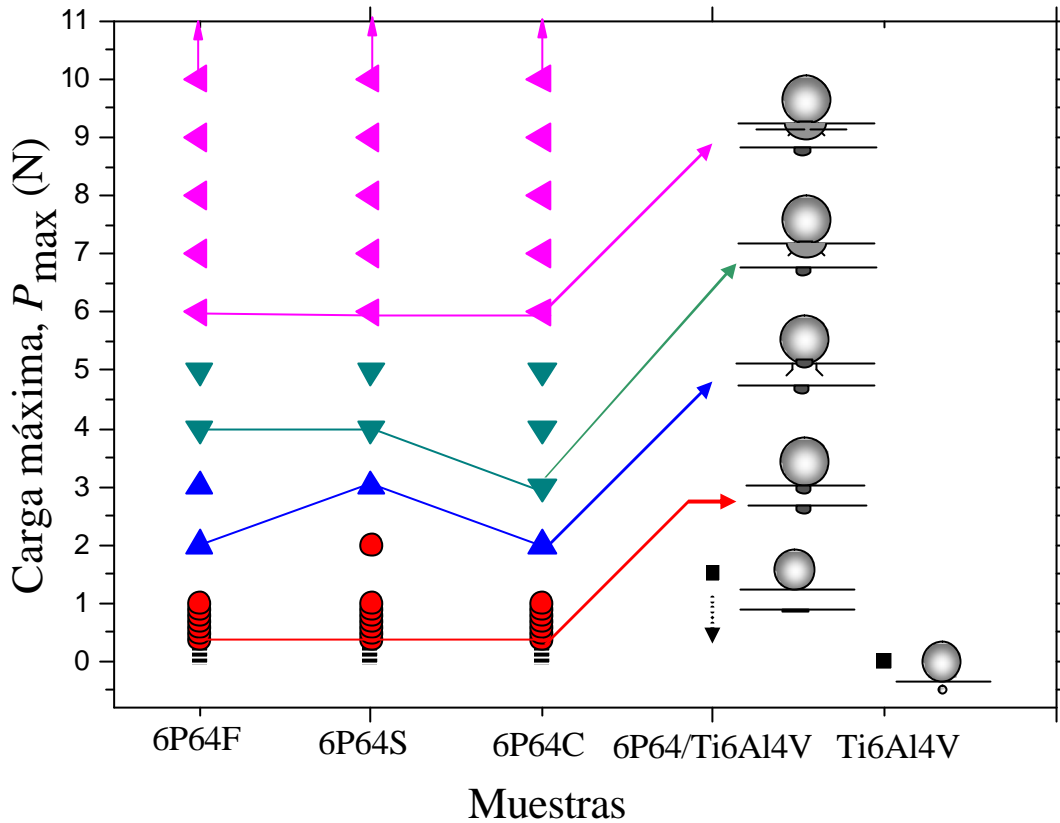


Figura 3.37. Mapa comparativo de la secuencia de daños durante el contacto Hertziano monotónico sobre el recubrimiento y los vidrios monolíticos para un radio de esfera de diamante de 25 μm . Incluye también las cargas críticas teóricas para la plastificación de la aleación Ti6Al4V con y sin recubrimiento.

A partir del mapa de daño que se presenta en la Fig. 3.37 para el radio de 25 micras con punta de diamante y la morfología de los daños correspondientes de la Fig. 3.38, es evidente que las tendencias son claramente diferentes a las observadas previamente en la Fig. 3.36. En la Fig. 3.37 se aprecia que el primer daño tanto en el recubrimiento como en los vidrios monolíticos, se presenta aproximadamente a la misma carga máxima y, a diferencia de lo que sucede con el radio de 1.25 mm, este primer daño es una deformación inelástica. Esta deformación se demuestra con la forma de las curvas $P-h$ correspondientes a dicha carga máxima (Fig. 3.39). El predominio de esta deformación sobre la fisuración anillo ó cónica implica que este radio de esfera genera un patrón de daño que esta dentro del régimen de indentación puntiaguda. Los daños posteriores no muestran una diferencia tan marcada entre el recubrimiento y los vidrios monolíticos como se observó con el radio de esfera de 1.25 mm.

La carga para la cual ya se han formado, tanto la fisura anillo como la cónica es ligeramente mayor en el vidrio sinterizado debido probablemente a la mayor deformación inelástica como se infiere al comparar las curvas $P-h$ en los tres materiales para este valor de carga máxima (Fig. 3.39). Esta mayor deformación puede estar asociada al daño cuasi-plástico debido a la microfisuración de este vidrio sinterizado que puede explicar también la mayor carga para fisuración anillo observada en el mapa de la Fig. 3.37 para el radio de 1.25 mm.

En las curvas de la Fig. 3.39 se observa claramente como sólo el vidrio sinterizado presenta un pequeño plato de incremento en la penetración a carga máxima ($P_{\max} = 3\text{N}$), probablemente asociado al inicio de una fisura media debajo de la zona de contacto, similar a lo que sucede en la fisura media debida a una indentación Vickers. El menor valor en la carga para que la fisura radial alcance la superficie en el recubrimiento, posterior a las fisuras anillo y cónica, puede estar asociado al efecto de la presencia del sustrato que, al ser más rígido, inhibe el crecimiento de la fisura media en profundidad, acelerando el crecimiento de la fisura radial hacia la superficie. Esta influencia se discutirá más adelante al analizar el efecto del sustrato en la morfología de las fisuras radiales debidas a la indentación Vickers.

Nótese como el plato de aumento de penetración a carga máxima ($P_{\max} = 4\text{N}$) es nuevamente mucho mayor en el sinterizado (Fig. 3.39), indicando un crecimiento mayor de la fisura media que se forma al final de la fase de carga. Además, la curva $P-h$ del sinterizado muestra un ligero cambio de pendiente durante la carga, probablemente asociado al efecto del daño cuasiplástico antes mencionado. La fisura lateral, posterior a la fisura radial, se presenta básicamente para la misma carga en los tres materiales (Fig. 3.38), indicando que la tensión residual que la genera tiene una magnitud similar en los tres casos. Este resultado implicaría que el campo residual de tracción que actúa en la base de la deformación inelástica del recubrimiento y en trayectoria aproximadamente tangencial a esta base, no se ve apreciablemente afectada por el sustrato, a diferencia de lo que sucede con el campo que promueve el crecimiento de la fisura radial hasta la superficie.

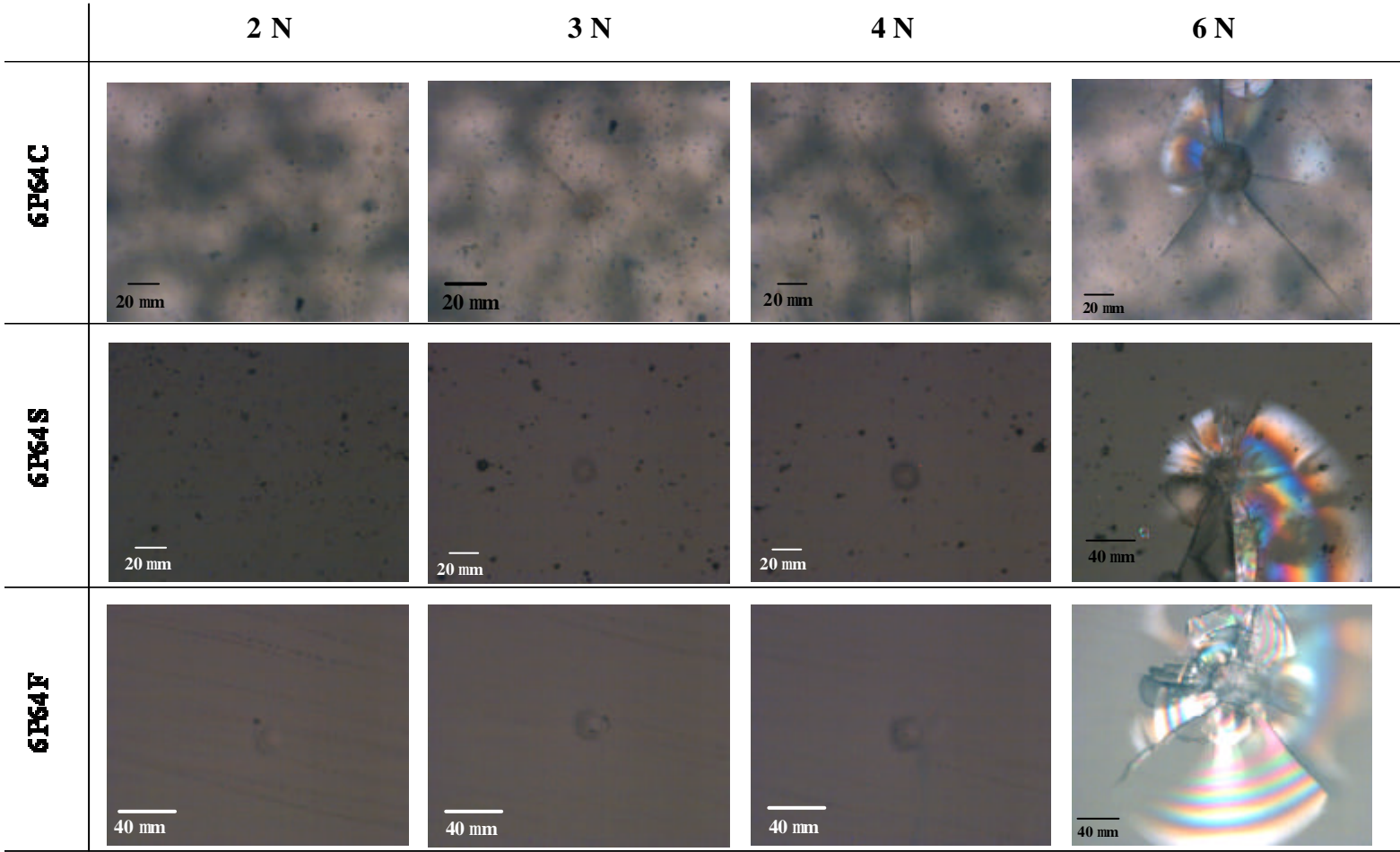


Figura 3.38. Morfología de los daños durante el contacto Hertziano monotónico con punta esférica de diamante ($R_e = 25 \mu\text{m}$) en el recubrimiento y en los vidrios monolíticos.

Finalmente, la influencia del recubrimiento en la carga para deformar plásticamente el metal en la intercara se espera que sea de apantallamiento de la tensión de cizalladura como se comentó previamente para la esfera de 1.25 mm. Sin embargo, este apantallamiento será considerablemente menor ya que la magnitud de la deformación inelástica que se produce en el recubrimiento antes de la fisuración, induce una tensión cizallante en la intercara mucho mayor a la que se estima a partir de la distribución de la tensión en régimen elástico (Fig. 3.40) a partir de la cual se ha calculado la carga crítica que aparece en el mapa de la Fig. 3.37, para la deformación plástica del metal recubierto. Por lo tanto, para el contacto con una esfera tan pequeña como la de 25 μm de radio se espera una protección de la deformación plástica del sustrato, de menor magnitud de la que ejerce una esfera de radio mayor como la de 1.25 mm.

3.2.3. Análisis de la tenacidad de fractura a partir de la fisuración por contacto Hertziano

La tenacidad de fractura de un sólido frágil puede ser estimada a partir de la carga crítica para la fisuración debida al contacto Hertziano, como fue demostrado por Frank y Lawn [102] en la expresión que obtuvieron (ec. 1.24) en su demostración de la ley de Auerbach. De otro lado, Warren y col. [124] desarrollaron una expresión para determinar la tenacidad de fractura (ec. 1.29) a partir de la carga crítica para generar la fisura anillo, P_{ca} , similar a la obtenida por Frank y Lawn, utilizando la técnica de distribución de dislocaciones. En el análisis que se presenta a continuación, se propone la utilización de un factor de intensidad de tensiones sobre un defecto precursor de la fisura anillo, diferente al desarrollado por Warren, basado en los trabajos de Fett y Munz [154] y de Licht y col. [155], utilizando la técnicas de función de peso, superposición y extrapolación para calcular el factor de intensidad de tensiones para una fisura superficial semi-elíptica sometida a una distribución de tensión.

Para el desarrollo del factor de intensidad de tensiones se considera que la fisura anillo debida al contacto Hertziano monotónico, tanto en el recubrimiento monocapa (6P64C) como en los vidrios monolíticos (6P64F y 6P64S), se forma a partir de un defecto pre-existente de tipo semi-elíptico. Este defecto se esquematiza en la Fig. 3.41 y es consistente con los defectos precursores de la fisura anillo observada experimentalmente

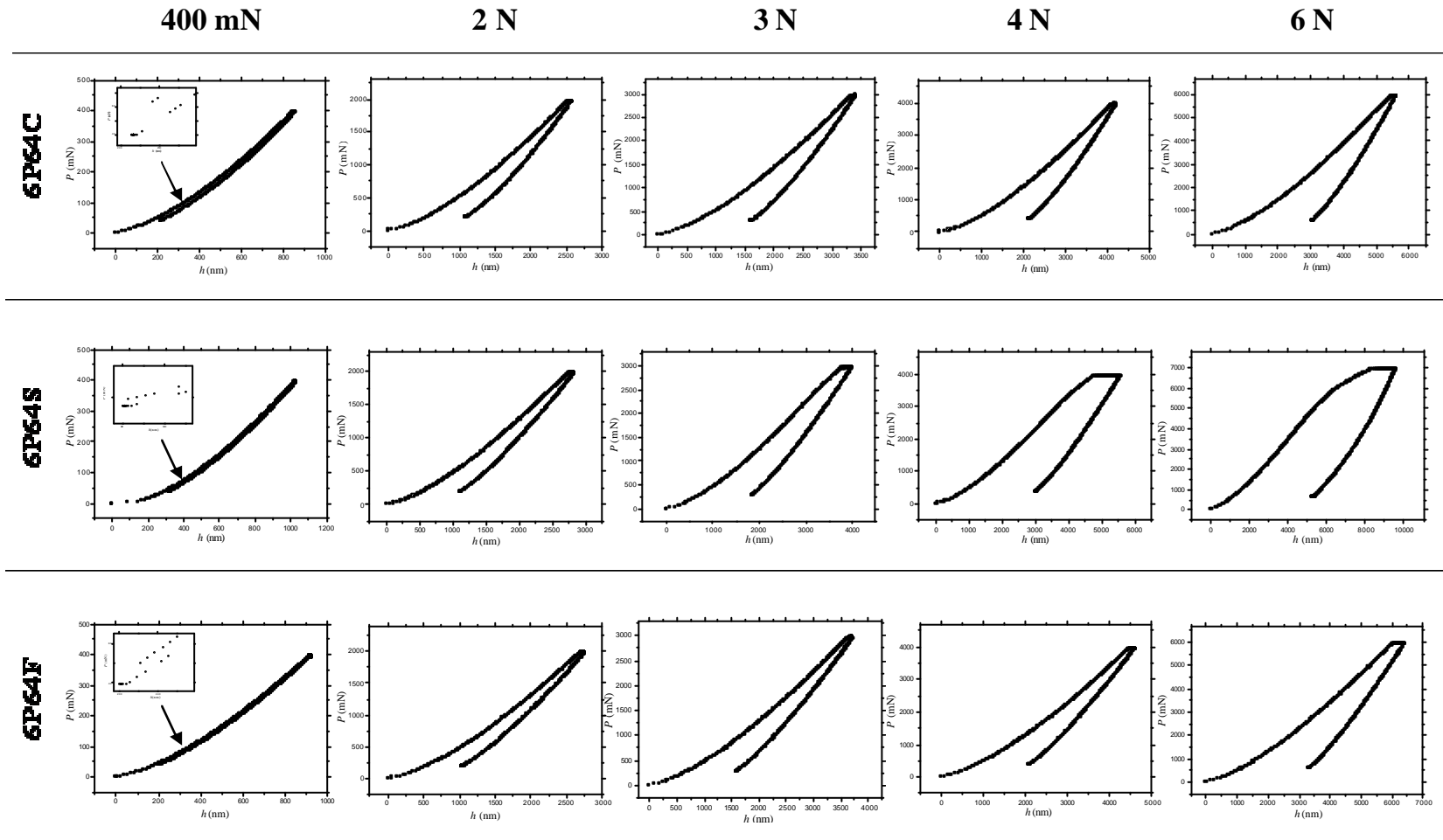


Figura. 3.39. Curvas $P - h$ del recubrimiento y los vidrios monolíticos obtenidas por contacto con punta esférica de diamante con radio $R_c = 25 \mu\text{m}$.

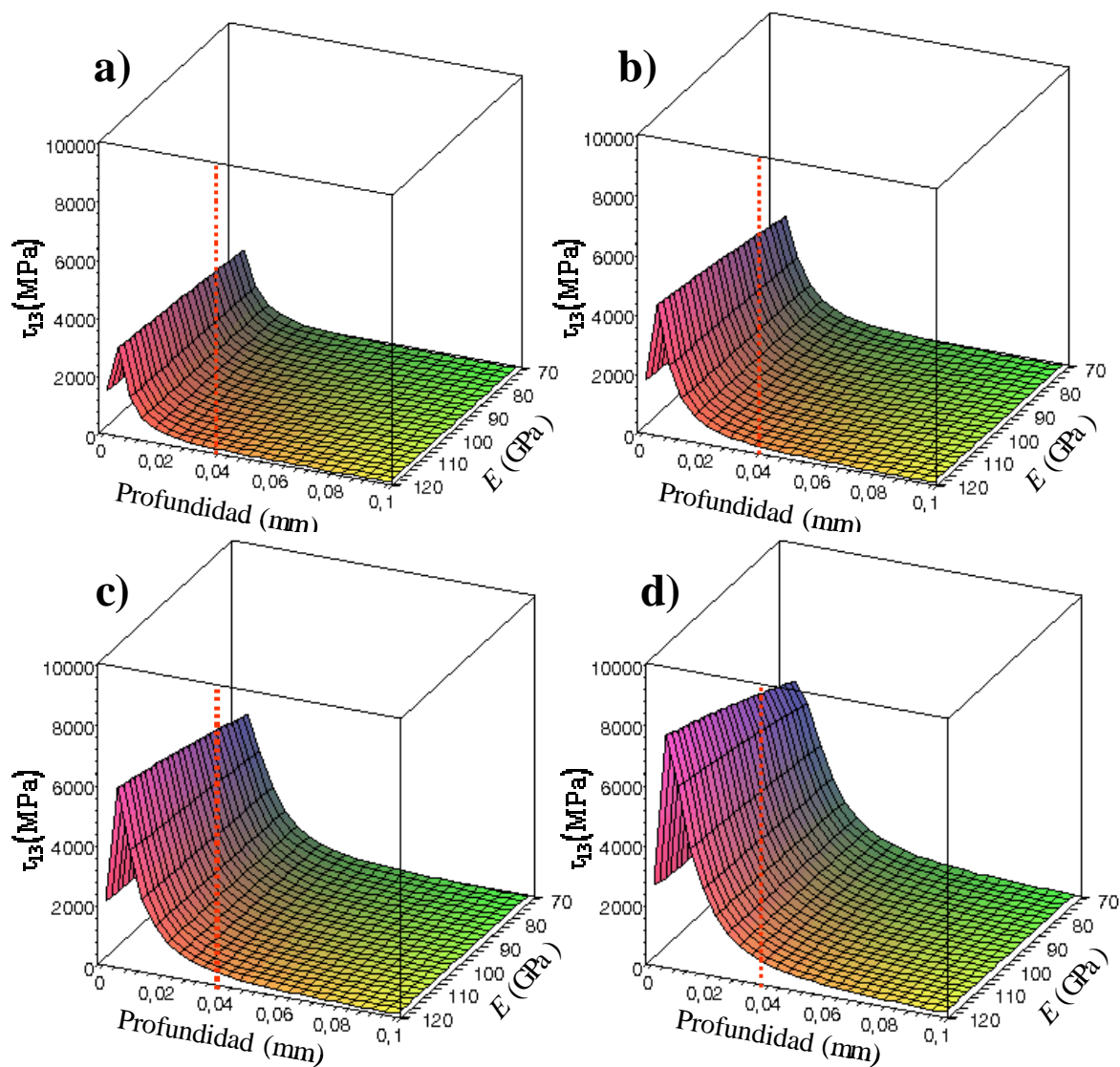


Figura 3.40. Distribución de la tensión principal de cizalladura, τ_{13} , con un radio de esfera $R_e = 25 \mu\text{m}$ y diferentes cargas de contacto, para valores del modulo de Young entre el del vidrio y el del Ti6Al4V: a) $P = 0.5 \text{ N}$; b) $P = 1 \text{ N}$; c) $P = 2 \text{ N}$; d) $P = 2 \text{ N}$; e) $P = 4 \text{ N}$. Nótese que sólo se supera la tensión de von Mises para el Ti6Al4V en la intercara para $P > 2 \text{ N}$, $\tau_{\text{max}} = Y/2$ con $Y_{\text{Ti6Al4V}} = 925 \text{ MPa}$. Estas distribuciones no tienen en cuenta la deformación inelástica previa del recubrimiento (Fig. 3.39).

(Fig. 3.42), formados por un poro con fisuras que emanan de su periferia. El defecto está localizado favorablemente para la formación de la fisura anillo, justo afuera del círculo de contacto donde actúa la máxima tensión radial de tracción, $s_{r\text{max}}$. Bajo estas consideraciones, la condición de equilibrio para el factor de intensidad de tensiones aplicado en este defecto, justo antes del inicio de la formación de la fisura anillo debido al contacto Hertziano, obedece a la expresión:

$$K_{Ia}^{A,B} = K_{I,H}^{A,B} + K_{I,\sigma_{res}}^{A,B} = K_{Ic}^0 \quad (3.1)$$

donde $K_{Ia}^{A,B}$ es el factor de intensidad de tensiones total aplicado, $K_{I,H}^{A,B}$ y $K_{I\sigma_{res}}^{A,B}$, son los factores de intensidad de tensiones debido al contacto Hertziano y a las tensiones residuales, respectivamente y K_{Ic}^0 es la tenacidad de fractura simple del material, sin influencia de curva R. Los superíndices A y B , denotan el punto más profundo y los dos puntos superficiales del defecto, respectivamente (Fig. 3.41).

El factor de intensidad de tensiones debido al contacto Hertziano sobre el defecto pre-existente, $K_{I,H}^{A,B}$, se debe exclusivamente a la tensión radial de tracción, \mathbf{s}_r , al tratarse de un defecto netamente superficial localizado en la zona en la cual actúa solamente esta tensión. En la Fig. 3.43 se muestra el gradiente que presenta \mathbf{s}_r en función de la profundidad para tres diferentes cargas de contacto, pasando del valor máximo de tracción, \mathbf{s}_{rmax} , a un valor de compresión en una profundidad inferior a 3 μm . El factor de intensidad de tensiones de una fisura sometida a una distribución de tensión como la mostrada en la Fig. 3.43 no tiene una solución trivial y requiere de técnicas especiales para su cálculo. Para ello, Licht y col. [155], a partir del trabajo de Fett y Munz [154], demostraron que la distribución de la tensión $\mathbf{s}_r(z)$ puede ajustarse satisfactoriamente a un polinomio de la forma:

$$\sigma_r(z) = \sum_{i=0}^n \sigma_i \left(\frac{z}{a_c} \right)^i \quad (3.2)$$

donde a_c es la profundidad del defecto crítico precursor de la fisura anillo. El factor de intensidad de tensiones en los puntos A y B de un defecto semi-elíptico pre-existente (Fig. 3.41), con una distribución de tensiones como la de la ec. (3.2), esta dado por la expresión [155]:

$$K_{I,H}^{A,B} = (\pi a_c)^{1/2} \sum_{i=0}^n \sigma_i \left(\frac{z}{a_c} \right)^i f_i^{A,B} \left(\frac{a_c}{d}, \frac{c}{a_c} \right) \quad (3.3)$$

donde $f_i^{A,B}$ es la función geométrica para una distribución de tensión polinomial que depende de la excentricidad de la fisura, c / a_c , y del espesor de la muestra, d , tal que $a_c / d \cong 0$. En la Fig. 3.43 se observa que para profundidades inferiores a $3 \mu\text{m}$, que son los valores típicos de a_c , la distribución de la tensión puede considerarse aproximadamente lineal y se vuelve cero para $z = a_c$, con una ecuación de la forma:

$$\sigma_r(z) = \sigma_{r \max} - \sigma_{r \max} \left(\frac{z}{a_c} \right) \quad (3.4)$$

donde $\sigma_{r \max}$ es la tensión radial de tracción máxima que actúa en la superficie ($z = 0$ y $x \approx r_0$) sobre el defecto pre-existente precursor de la fisura anillo. A partir de la ec. (1.20), $\sigma_{r \max}$ puede expresarse en función de la coordenada superficial de la fisura anillo, r_0 , la carga crítica para el inicio de esta fisura, P_{ca} , y la relación de Poisson del material, ν , obteniéndose:

$$\sigma_{r \max} = \frac{(1 - 2\nu)P_{ca}}{2\pi r_0^2} \quad (3.5)$$

Utilizando la aproximación lineal de la ec. (3.4), se demuestra que el factor de intensidad de tensiones de la ec. (3.3) queda simplificado a la expresión:

$$K_{I,H}^{A,B} = (\pi a_c)^{1/2} \sigma_{r \max} \left[f_0^{A,B} \left(\frac{c}{a_c} \right) - f_1^{A,B} \left(\frac{c}{a_c} \right) \right] \quad (3.6)$$

donde f_0 y f_1 son las funciones geométricas del factor de intensidad de tensiones para $z = 0$ y $z = a_c$, respectivamente.

Con la ec. (3.6) se demuestra que, inicialmente, el factor de intensidad de tensiones en los puntos superficiales, $K_{I,H}^B$, es aproximadamente 5 veces mayor al factor de intensidad de tensiones en el punto más profundo, $K_{I,H}^A$. Por lo tanto, durante una carga monótonica, el defecto pre-existente crecerá primero en la dirección superficial, c , ya que es en esta dirección donde alcanzará primero la condición crítica de K_{Ic}^0 . Bajo este criterio, el análisis se debe concentrar en $K_{I,H}^B$ al ser el factor que determina el inicio de

la formación de la fisura anillo y, por tanto, la ec. (3.6) queda expresada de la forma:

$$K_{I,H}^B = (\pi a_c)^{1/2} \sigma_{r \max} \left[f_0^B \left(\frac{c}{a_c} \right) - f_1^B \left(\frac{c}{a_c} \right) \right] \quad (3.7)$$

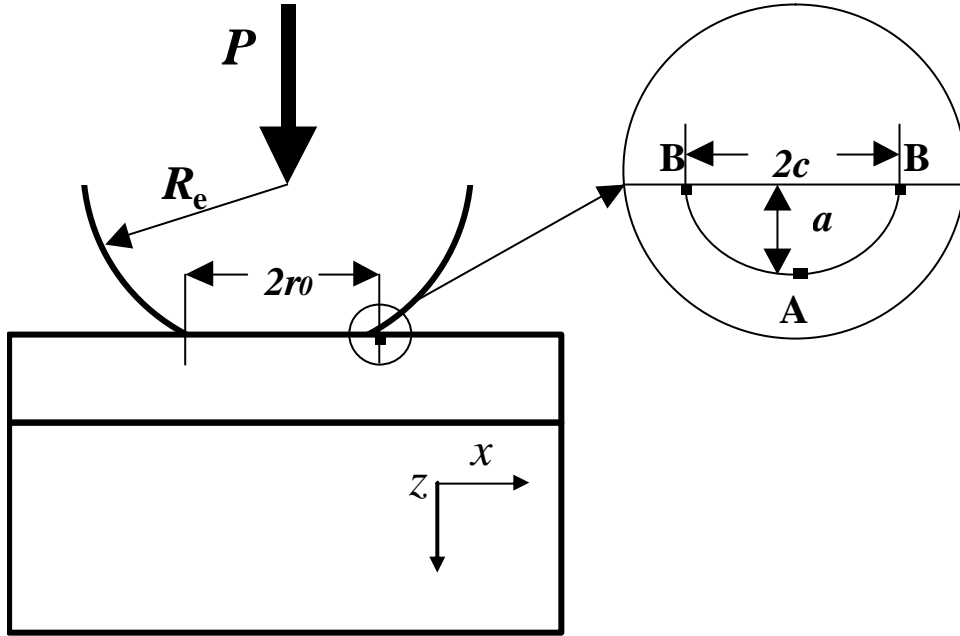


Figura 3.41. Esquema del defecto semi-circular precursor de la formación de la fisura anillo durante el contacto Hertziano monotónico.

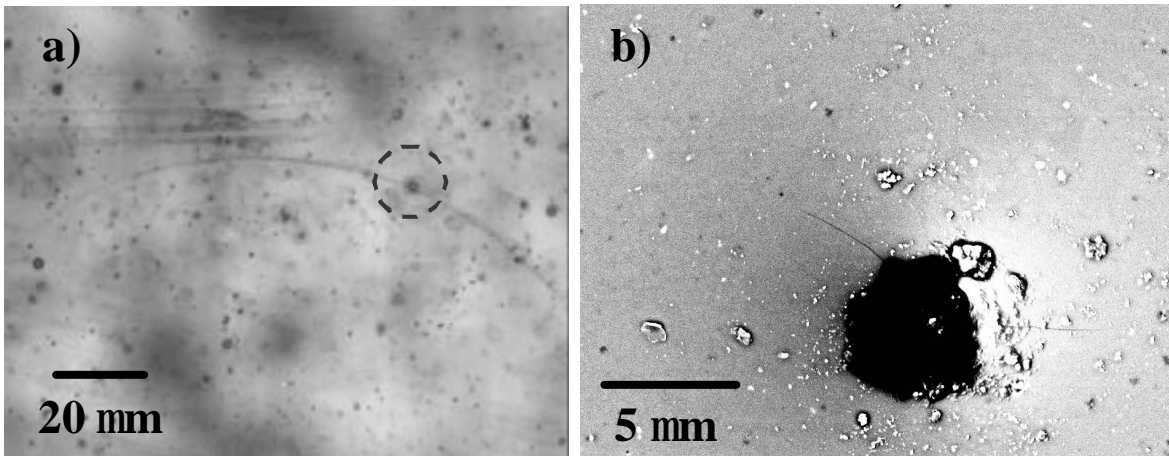


Figura 3.42. Poros superficiales precursor de la fisura anillo observados experimentalmente en el recubrimiento: a) Fisura anillo en la cual se observa el defecto precursor; b) Imagen de SEM con electrones retro-dispersados que muestra las fisuras que emanan de los poros superficiales.

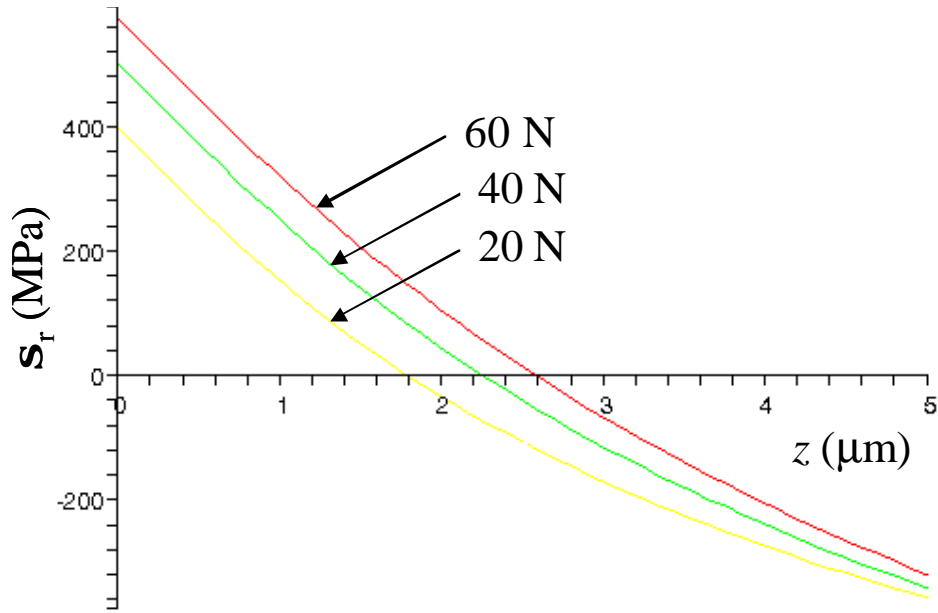


Figura 3.43. Distribución de la tensión radial en la dirección z , $S_r(z)$, evaluada para $x = r_c$ y para diferentes valores de carga, a partir de la ec. (1.17).

En consecuencia, el factor de intensidad de tensiones debido a la tensión residual, $K_{I,\sigma_{res}}^B$, se expresa de la forma:

$$K_{I,\sigma_{res}}^B = (\pi a_c)^{1/2} \sigma_{res} f_0^B \left(\frac{c}{a_c} \right) \quad (3.8)$$

asumiendo que la tensión residual es constante sobre la profundidad del defecto y de carácter biaxial. De la combinación de esta ecuación con la ec. (3.7), se obtiene el factor de intensidad de tensiones total en los puntos superficiales del defecto pre-existente:

$$K_{I,a}^B = (\pi a_c)^{1/2} f_0^B \left(\frac{c}{a_c} \right) \left[\sigma_{r \max} \left(\frac{f_0^B - f_1^B}{f_0^B} \right) + \sigma_{res} \right] \quad (3.9)$$

Las funciones $f_0^B(c/a_c)$ y $f_1^B(c/a_c)$ se obtienen a partir de los valores tabulados por Fett y Munz [154], los cuales se presentan en la Tabla 3.2. Las funciones que aparecen graficadas en la Fig. 3.44 resultan del mejor ajuste por regresión lineal de los valores en la Tabla 3.2. En esta figura se demuestra que el término $(f_0^B - f_1^B)/f_0^B$ depende

débilmente de la excentricidad de la fisura y, por tanto, puede ser reemplazado por una constante aproximadamente igual a 5/6, permitiendo expresar la ec. (3.9) de la forma:

$$K_{I,a}^B = (\pi a_c)^{1/2} f_0^B \left(\frac{c}{a_c} \right) [0.8 \sigma_{r \max} + \sigma_{res}] \quad (3.10)$$

En la Fig. 3.44 se aprecia que para un rango de valores de c/a_c entre 0 y aproximadamente 20, la función $f_0^B(c/a_c)$ puede aproximarse a una línea recta de la forma $f_0^B(c/a_c) \approx 0.8 - 0.03(c/a_c)$.

La posición radial del defecto pre-existente en la superficie, precursor de la fisura anillo, no coincide con el radio del contacto, r_c , y se ha demostrado que se forma para un valor ligeramente mayor [156 - 158], tal que:

$$r_0 = \beta^* r_c = \beta^* \left(\frac{3R_e P_{ca}}{4E^*} \right)^{1/3} \quad (3.11)$$

donde β^* es una constante que depende de la orientación, posición y tamaño de los defectos pre-existentes en la superficie del material y que generalmente toma valores entre 1.0 y 1.25 [156-158]. La existencia de esta constante de desviación con respecto al radio de contacto se explica por el hecho de que la fisura anillo se inicia a partir de un defecto en el cual actúa el máximo valor del factor de intensidad de tensiones y no en el que actúa la máxima tensión de tracción.

En consecuencia, a partir de las ecs. (3.5) y (3.11), el factor de intensidad de tensiones en la ec. (10) puede expresarse de la forma:

$$K_I^B = (\pi a_c)^{1/2} f_0^B \left(\frac{c}{a_c} \right) C_1 P_{ca}^{1/3} \left[1 + \frac{\sigma_{res}}{C_1 P_{ca}^{1/3}} \right] \quad (3.12)$$

donde la constante C_1 esta definida como:

$$C_1 = \frac{0.8(1 - 2\nu)F_{ys} (4E^*)^{2/3}}{2\pi\beta^{*2}(3R_e)^{2/3}} \quad (3.13)$$

y F_{ys} es el factor de incremento del valor de la tensión s_{rmax} debida a la deformación plástica del substrato causada por la tensión de cizalladura que se induce en la intercara durante el contacto monotónico (Fig. 3.29).

Tabla 3.2. Valores de las funciones geométricas para el factor de intensidad de tensiones debido a una distribución de tensiones polinomil evaluado en los puntos superficiales de una fisura semi-elíptica [154].

c/a	$f_0^B\left(\frac{c}{a}\right)$	$f_1^B\left(\frac{c}{a}\right)$
1	0.716	0.118
1.25	0.730	0.124
1.67	0.723	0.118
2.5	0.673	0.104
5	0.516	0.069
10	0.384	0.067
20	0.275	0.048
∞	0	0

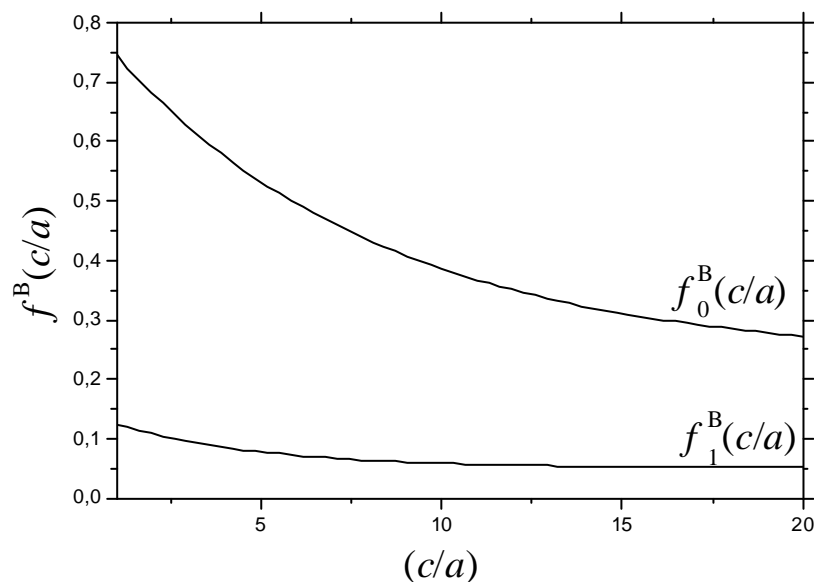


Figura 3.44. Funciones geométricas de la elipticidad de la fisura semi-elíptica para el factor de intensidad de tensiones debido a la tensión radial de contacto Hertziano. Las funciones corresponden a los valores máximo y mínimo de la tensión de tracción radial $s_r(z)$.

De la condición de equilibrio expresada en la ec. (3.1) y con el factor de intensidad de tensiones desarrollado (ec. 3.12), se puede calcular, en principio, la tenacidad de fractura del recubrimiento monocapa 6P64C. Sin embargo, es conveniente primero estimar la tenacidad de los vidrios monolíticos, ya que en estos casos se pueden obtener fácilmente mediciones de referencia por otros métodos, sin la influencia de la deformación plástica del sustrato y de la tensión residual debida al desajuste en la expansión térmica con respecto a éste.

En la Fig. 3.45 se hace una evaluación de los posibles valores de la tenacidad de fractura de los vidrios monolíticos, en un rango posible de profundidad del defecto crítico, a_c , utilizando la ec. (3.12). En la Fig. 3.45, se incluyen además los valores de tenacidad de fractura estimados por el método de indentación Vickers mediante la ec. (2.8). En la Fig. 3.45 se aprecia como, para el rango de valores de K_{Ic}^0 estimados por indentación puntiaguda que son similares a los reportados en la literatura para vidrios comunes [159], los valores posibles de a_c (1.0 a 1.25 μm) son coherentes con el tamaño medio de los poros superficiales y con las observaciones experimentales del tamaño de los defectos precursores de la fisura anillo. Esta coincidencia indica que la ec. (3.12) es adecuada para la estimación de la tenacidad de fractura de los vidrios monolíticos a partir del conocimiento de la carga crítica para la formación de la fisura anillo, P_{ca} , y de la profundidad del defecto precursor de la fisura, a_c .

Nótese que la estimación de la tenacidad de fractura a partir de P_{ca} es bastante aceptable, a pesar de que en la ec. (3.12) no se ha incluido, aparentemente, un factor de corrección de la tensión radial de tracción máxima, debido a la fricción entre la esfera de WC-Co y el vidrio. Sin embargo, como se verá en el apartado 3.4.2, esta corrección se considera aportada por la constante b^* , la cual reduce el valor de s_{max} que se calcula debido al contacto Hertziano (ec. 1.17). Esta reducción es consistente con la tensión de compresión que induce la fricción y que tiene como consecuencia la desviación del radio de la fisura anillo a valores mayores al radio de contacto en un factor igual a la constante b^* (1.0 y 1.25 [156 - 158]).

En el caso del recubrimiento, la utilización de la ec. (3.12) para estimar la tenacidad de fractura requiere, además del conocimiento de a_c , también el de la tensión residual y el

del factor F_{ys} . Teniendo en cuenta que se ha demostrado que el vidrio sinterizado es elástica y microestructuralmente equivalente al recubrimiento, se espera que la profundidad del defecto precursor de la fisura anillo sea similar en ambos casos, como en efecto, se ha observado experimentalmente. De otro lado, en lo que respecta a la tensión residual en el recubrimiento, su estimación requiere un tratamiento particular, el cual se describe a continuación.

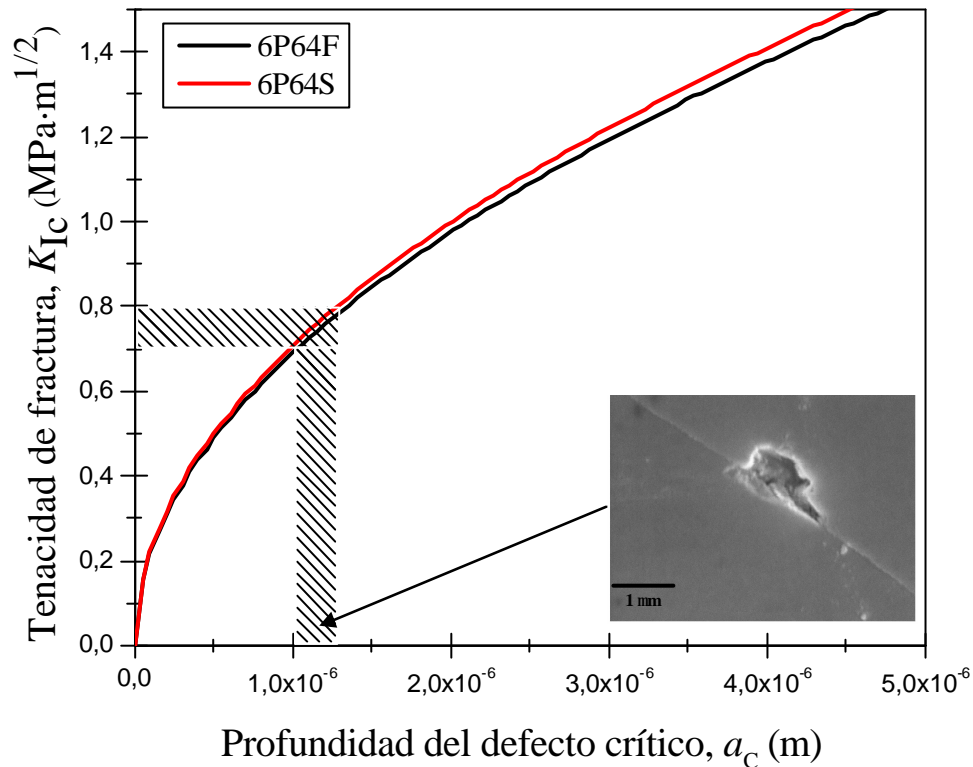


Figura 3.45. Evaluación de los posibles valores de K_{Ic} en función del defecto crítico utilizando la ec. (3.12) para los valores de P_{ca} determinados experimentalmente en los vidrios monolíticos. La región sombreada indica el rango de posibles valores de K_{Ic} y los valores de a_c correspondientes.

3.2.3.1. Análisis de la tensión residual en el recubrimiento monocapa

Una estimación aceptable de la tensión residual en el recubrimiento debido al desajuste en la expansión térmica con respecto al sustrato es posible a partir de la expresión que predice las macro-tensiones residuales en un material perfectamente adherido a otro con diferentes propiedades elásticas y térmicas [160]:

$$\sigma_{res} = \frac{\Delta T(\alpha_R - \alpha_S)E_R}{(1 - \nu_R) \left[1 + \left(\frac{1 - \nu_S(E_R d_R)}{1 - \nu_R(E_S d_S)} \right) \right]} \quad (3.14)$$

donde ΔT es la diferencia entre la temperatura de ablandamiento del vidrio ($T_S \approx 623^\circ\text{C}$) y la temperatura ambiente ($T \approx 25^\circ\text{C}$), α es el coeficiente de expansión térmica, ν es la relación de Poisson, E es el módulo de Young y d es el espesor. Los subíndices R y S denotan el recubrimiento y el sustrato, respectivamente. De las dimensiones de las barras de Ti6Al4V recubiertas se sabe que $E_S d_S \gg E_R d_R$, por lo que la ec. (3.14) queda reducida a:

$$\sigma_{res} = \frac{\Delta T(\alpha_R - \alpha_S)E_R}{(1 - \nu_R)} \quad (3.15)$$

En la Tabla 3.3 se presentan diferentes posibles valores del coeficiente de expansión térmica del recubrimiento 6P64C. Uno de ellos ha sido determinado experimentalmente y el resto se ha calculado a partir de diferentes modelos [68]. Con este rango de valores y sabiendo que también el coeficiente de expansión del sustrato (Ti6Al4V) cae dentro de cierto rango (9.1 a $9.8 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$) se ha graficado el comportamiento de la tensión residual según la ec. (3.15). La Fig. 3.46 ilustra dicho comportamiento y en ella se aprecia que la mayoría de los valores intermedios de la tensión residual son de compresión. Concretamente para el valor de α_R determinado experimentalmente ($\alpha_{6P64C} = 9.1 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$), todos los valores posibles de σ_{res} son de compresión y para el valor intermedio de $\alpha_S = 9.45 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$ es de aproximadamente de $\sigma_{res} \cong (-) 20 \text{ MPa}$. Esta figura muestra que, según la ec. (3.15), el más que probable estado de tensión residual del recubrimiento será de compresión.

El carácter mayoritariamente amorfo del recubrimiento sólo permite utilizar el método del $\text{sen}^2 \psi$, mediante la difracción de rayos X, para la estimación de las tensiones residuales en la fase cristalina presente. La Fig. 3.47 presenta el comportamiento de las distancias interplanares, d_{hkl} , de la familia de planos que difractan en función del $\text{sen}^2 \psi$. En esta figura se nota que la pendiente de la recta es ligeramente positiva, significando que la fase cristalina se encuentra bajo una tensión residual de tracción, como se puede

Tabla 3.3. Valores del coeficiente de expansión térmica del recubrimiento 6P64C estimados tanto a partir de algunos modelos teóricos como mediante la técnica de dilatometría [68].

Método	$a_{6P64C} (10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1})$
Guard y Dubrull [161]	9.8
Hall [162]	9.4
English y Turner [163]	9.0
Winkelmann y Schott [164]	9.7
Experimental [68]	9.1

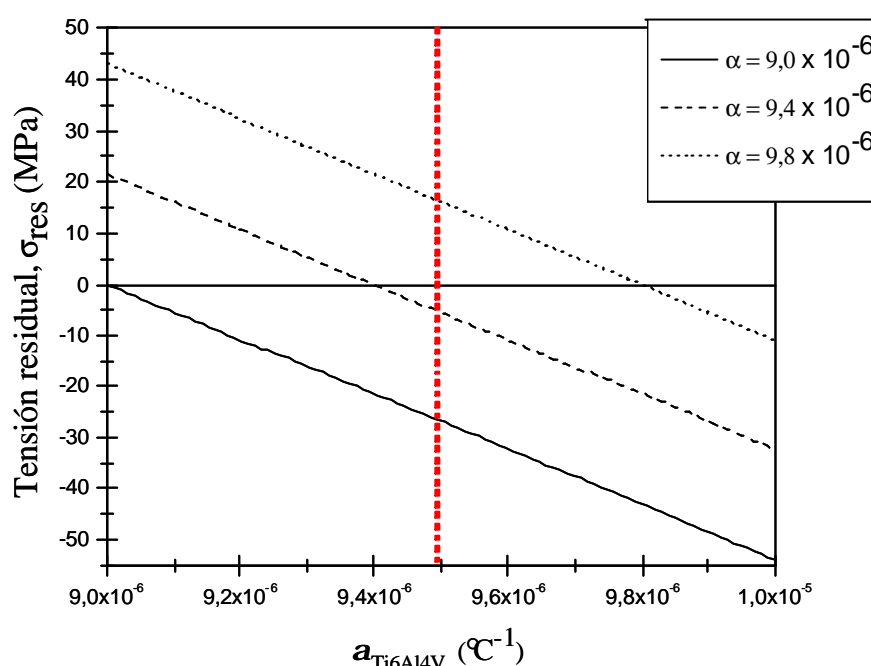


Figura 3.46. Tensión residual en el recubrimiento debida al desajuste en expansión térmica con respecto al sustrato, estimada mediante la ec. (3.15) en función de $a_{Ti6Al4V}$ para diferentes valores de a_{6P64C} .

inferir de la ec. (2.5). Esta tensión residual neta en la fase cristalina es la resultante de la suma de la tensión residual debida al desajuste en expansión térmica con respecto a la matriz amorfa y de la tensión debida al desajuste de todo el recubrimiento con respecto al sustrato.

La tensión residual en el seno de una partícula cristalina de un fosfato de calcio embebida en una matriz amorfa se espera que sea de tracción y localmente elevada, ya

que su coeficiente de expansión térmica es considerablemente mayor. Esto ha sido observado en un trabajo anterior, en el cual se ha calculado la tensión residual en partículas de HA embebidas en un recubrimiento de vidrio amorfo similar al 6P64C [165]. Por tanto, la tendencia que indica la Fig. 3.48, de tensión residual de tracción en la fase cristalina, es consistente con la tensión residual de compresión inducida por el substrato en el recubrimiento, según los cálculos hechos con la ec. (3.15). El cálculo numérico de la tensión residual en la fase cristalina utilizando el valor de la pendiente de la recta en la Fig. 3.48, introduciéndola en la ec. (2.5), no es posible ya que no se dispone en la literatura de los valores de las constantes elásticas apropiadas.

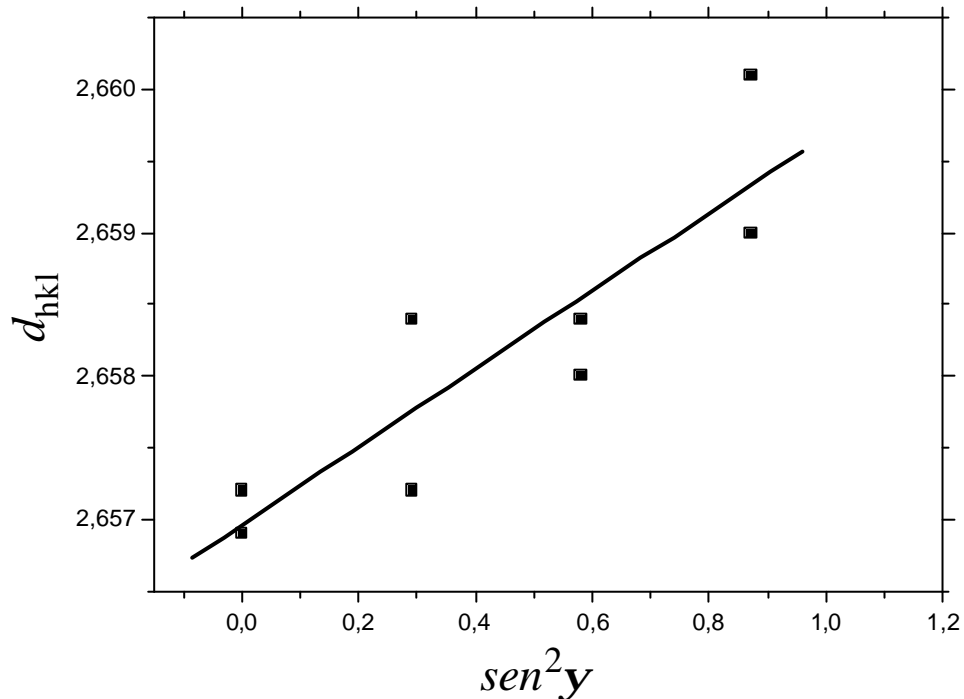


Figura 3.47. Variación de la distancia interplanar del plano difractante en la fase cristalina del recubrimiento en función del $\text{sen}^2 \gamma$.

La validez de la ec. (3.12) para la estimación de la tenacidad de fractura del recubrimiento puede ser ahora verificada, evaluando un rango de valores dentro de los cuales se espera que este la tensión residual en el recubrimiento, según lo observado en la Fig. 3.46. De esta forma, en la Fig. 3.48 se han graficado los posibles valores de la tenacidad de fractura a partir de la ec. (3.12), en función del factor de incremento F_{ys} , para posibles valores de a_c , según los valores determinados para el vidrio sinterizado en

la Fig. 3.45, y para tres diferentes valores posibles de la tensión residual \mathbf{s}_{res} . A partir de esta figura se pueden destacar varios aspectos relevantes:

- Se demuestra la validez de la ec. (3.12) ya que el rango de valores correcto de la tenacidad de fractura del recubrimiento corresponde, tanto a los defectos críticos observados experimentalmente (1 a 2 μm) que son los mismos que se esperarían a partir de la porosidad media superficial, como en el caso del vidrio sinterizado.
- Se nota como el rango de valores de tamaño del defecto crítico, a_c , corroboran la influencia del factor F_{ys} (1.0 a 1.26) en la carga crítica P_{ca} y, por tanto, en el cálculo de la tenacidad de fractura. Se demuestra que este factor explica las diferencias de cargas críticas entre los recubrimientos y los vidrios monolíticos y no la diferencia de tensión residual, debido a la poca influencia que muestra esta última en la tenacidad de fractura calculada.

3.2.3.2. Factor de intensidad de tensiones debido al estado tensional en la superficie de un implante dental

En apartados anteriores se comentó que el propósito fundamental del recubrimiento monocapa 6P64C es de servir de capa interna de un sistema bicapa bioactivo. Por tanto, durante la aplicación, no estaría en contacto directo con el hueso, a pesar de la disolución parcial de la capa externa. Sin embargo, al estar libre de macrofisuras y siendo altamente resistente a la corrosión en fluido fisiológico, este recubrimiento es también potencialmente aplicable como capa única sobre los implantes de Ti6Al4V. Por lo tanto, una vez se ha caracterizado su respuesta al contacto Hertziano monotónico y conociendo la expresión que permite estimar la tenacidad de fractura a partir de la tensión de tracción concentrada en la superficie y que produce la fisura anillo (ec. 3.10), es razonable plantearse cual puede ser el comportamiento mecánico de este recubrimiento durante su aplicación, en este marco de referencia. Para ello, es posible hacer una primera aproximación a partir de las tensiones de tracción concentradas a las que estará sometido el implante en la superficie durante su aplicación y verificar el factor de intensidad de tensiones que inducen en un defecto superficial. A continuación se hace este análisis comparativo en implantes dentales, utilizando como referencia uno de los trabajos citados en la introducción [77]. El caso del implante dental de raíz

roscada es particularmente adecuado para la verificación de los resultados obtenidos para tensiones altamente concentradas similares a las debidas al contacto Hertziano. Para el caso de la prótesis de cadera, las tensiones están más uniformemente distribuidas en la superficie y hacia al interior (Fig. 1.21), por lo que cualquier comparación que se haga mediante el factor de intensidad de tensiones desarrollado en el apartado anterior (ec. 3.10) para una tensión distribuida hacia el interior, no es válida y requeriría una serie de consideraciones adicionales.

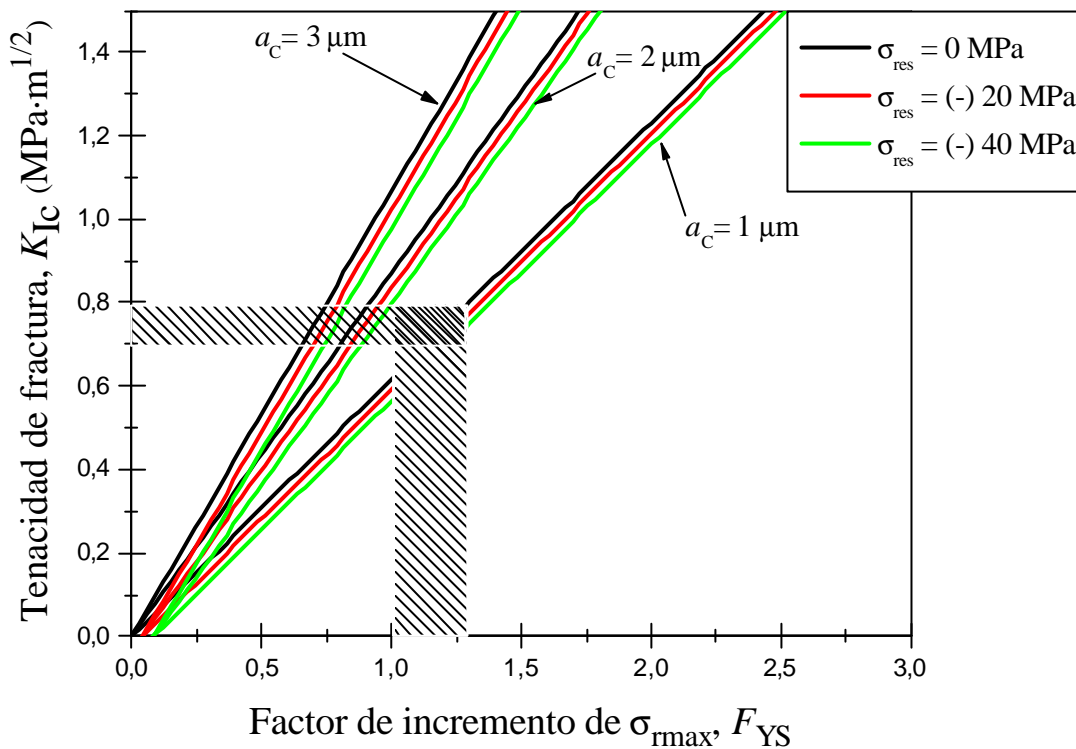


Figura 3.48. Comportamiento de K_{Ic} del recubrimiento en función del factor de incremento de σ_{max} debido a la deformación plástica del sustrato, F_{YS} , mediante la ec. (3.12), para diferentes valores de σ_{res} y a_c . La región sombreada indica el rango de posibles valores de K_{Ic} y los valores de F_{YS} correspondientes.

Para el análisis se han utilizado como tensiones de referencia las obtenidas por Siegele y col. [77] en su trabajo de simulación por FEM de las tensiones en la intercara adherente implante-hueso, en un implante dental roscado cuando se aplica una carga vertical de 100 N. En la Fig. 1.20 se muestra la distribución de la tensión principal resultante a lo largo de la superficie del implante. Se nota que en la mayoría de la longitud actúan tensiones concentradas de tracción y compresión, en la punta y en los valles de los

filetes, respectivamente, de aproximadamente (+) 2 MPa y (-) 4 MPa. En la parte superior, cerca de la superficie alveolar (B), se presenta una concentración superior de aproximadamente (+) 6 MPa y (-) 5 MPa. A partir de estos picos de concentración de tensión, se ha elaborado una distribución del factor de intensidad de tensiones correspondiente, utilizando la ec. (3.10), para un recubrimiento como el 6P64C, con un defecto crítico $a_c = 1.5 \mu\text{m}$ y un rango de valores posibles de la tensión residual en el recubrimiento, s_{res} . Esta distribución se presenta en la Fig. 3.50, en la cual además se incluye como referencia el valor de tenacidad de fractura estimado para el recubrimiento. A partir de esta figura, es evidente que las tensiones concentradas no inducirán un factor de intensidad de tensiones ni siquiera cercano al que promovería el crecimiento inestable de un defecto crítico $a_c = 1.5 \mu\text{m}$, similar al que se produce inicialmente para formar la fisura anillo por contacto Hertziano.

Teniendo en cuenta que el criterio utilizado para la estimación de la tenacidad de fractura a partir de la ec. (3.10) es el inicio de la propagación inestable del defecto pre-existente, la diferencia entre la trayectoria de la tensión de tracción debida al contacto Hertziano y la de la tensión en la superficie del implante no es, en principio, motivo de discrepancia para el análisis comparativo anterior. Sin embargo, si lo puede ser la presunción de que la tensión en la superficie del implante presenta un gradiente hacia el interior similar al que presentan la tensión de tracción radial Hertziana. A pesar de esta limitación, la comparación que se presenta en la Fig. 3.49, ofrece una idea preliminar sobre la fiabilidad que se espera tenga este recubrimiento, de ser usado como única capa sobre un implante dental de Ti6Al4V.

3.2.4. Fractura por indentación Vickers: evolución de la fisura y estimación de la tenacidad de fractura y de las tensiones residuales.

En la sección 3.2.2 se caracterizó la evolución del daño producido debido al contacto monotónico con indentadores de diferentes radios de curvatura en su punta. Los resultados mostraron la existencia de una transición de régimen de daños por contacto tipo romo a régimen por contacto puntiagudo, a medida que se reducía el radio de la punta. También se observó como el radio de punta más pequeño ($R_e = 25 \mu\text{m}$) generó la deformación inelástica en lugar de la fisura anillo como primer daño, aunque para

cargas superiores se presentó la transición a contacto romo con la aparición de fisuras anillo y cono. Al contrario, los radios de esfera intermedios mostraron una transición a daño por contacto puntiagudo, para cargas suficientemente elevadas. En este apartado se busca complementar el estudio realizado en el apartado 3.2.2, caracterizando esta vez la evolución de la fisura que se produce debido al contacto puntiagudo puro como es el que se realiza mediante la indentación Vickers. De otro lado, también se pretende utilizar el cambio en la geometría de estas fisuras para cargas máximas incrementales con el propósito de calcular la tenacidad de fractura y tensión residual del recubrimiento 6P64C. Para ello se propone por primera vez un factor de corrección a la metodología estándar de Anstis y col. [134] (ec. 2.8), generalmente usada en sólidos frágiles monolíticos. La Fig. 3.50 muestra los parámetros geométricos correspondientes al sistema de fisuras media/radial y lateral debido a una indentación Vickers en un recubrimiento frágil. En la Fig. 3.51 se compara la evolución de las fisuras producidas tanto en el recubrimiento como en los vidrios monolíticos, para cargas de indentación inferiores a 10 N.

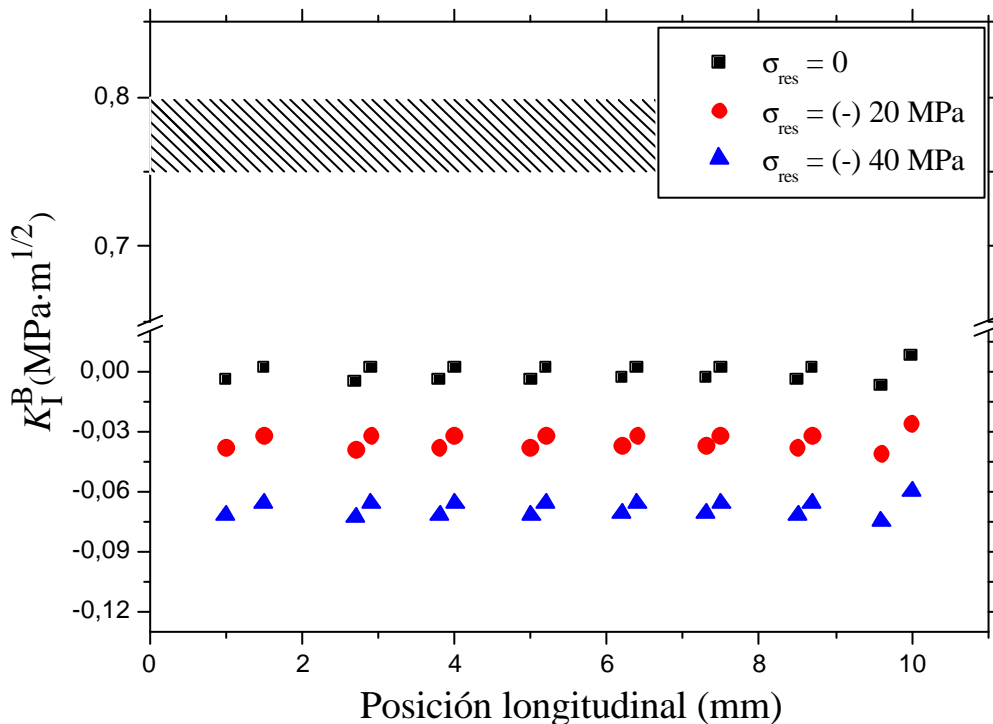


Figura 3.49. Valores del factor de intensidad de tensiones debido a las tensiones concentradas en la superficie de un implante dental roscado según los resultados de simulación por FEM de la Fig. 1.20. La región sombreada indica el rango de posibles valores de K_{Ic} .

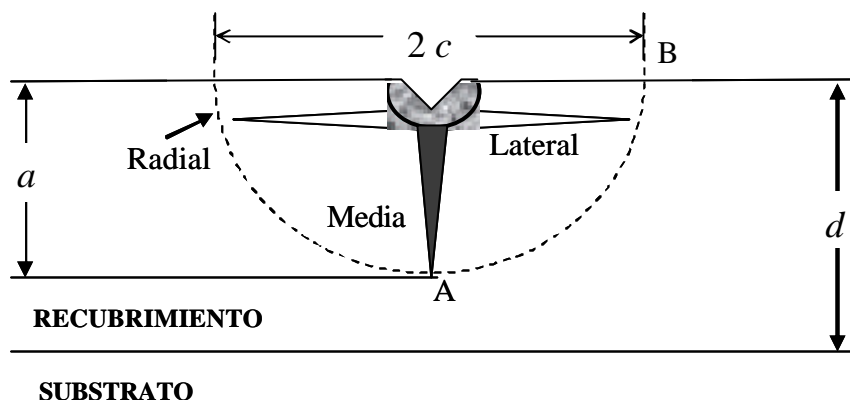


Figura 3.50. Esquema del sistema de fisuras media/radial y lateral debido a la indentación Vickers en un recubrimiento frágil.

Las observaciones superficiales muestran que, en los tres casos, la fisura lateral se inicia para cargas menores a la carga máxima estudiada (10 N). Sin embargo, se notan algunas diferencias tanto en el inicio como en la configuración definitiva de esta fisura en los tres materiales. El recubrimiento y el vidrio sinterizado muestran una carga crítica similar para la formación de la fisura lateral (1.96 – 2.94 N), mientras el vidrio fundido presenta una menor resistencia a la formación de esta fisura, ya que para 1.96 N ya se observa su inicio. A pesar de esto, la fisura lateral no se ve completada en el vidrio fundido para la carga máxima de 10 N, mientras que en el recubrimiento y en el sinterizado completa su forma circunferencial tal que el radio de la fisura en el recubrimiento es mayor al de la fisura en el sinterizado (90 μm contra 70 μm). La mayor dificultad para el inicio de la fisura lateral en el recubrimiento, con respecto al vidrio fundido, puede estar asociada al menor factor de intensidad de tensiones residual debido a la indentación, K_{resid} , que sufre un defecto localizado favorablemente en el límite entre la deformación inelástica y la deformación elástica. Este menor valor de K_{resid} se debe a que la rigidez “efectiva” del material que rodea la deformación inelástica del recubrimiento es mayor a la rigidez del vidrio fundido, debido a la presencia del sustrato ($E_{\text{Ti6Al4V}} \approx 110 \text{ GPa}$, $E_{\text{6P64C}} \approx 70 \text{ GPa}$). Esta mayor rigidez afecta, tanto al tamaño de la deformación inelástica como la recuperación elástica durante la descarga y, por tanto, al valor del K_{resid} que es la fuerza conductora de la fisura lateral. Esta diferencia entre el recubrimiento y el fundido es además consistente con el análisis de Marshall y col. [166] sobre la formación de la fisura lateral en el que proponen que la

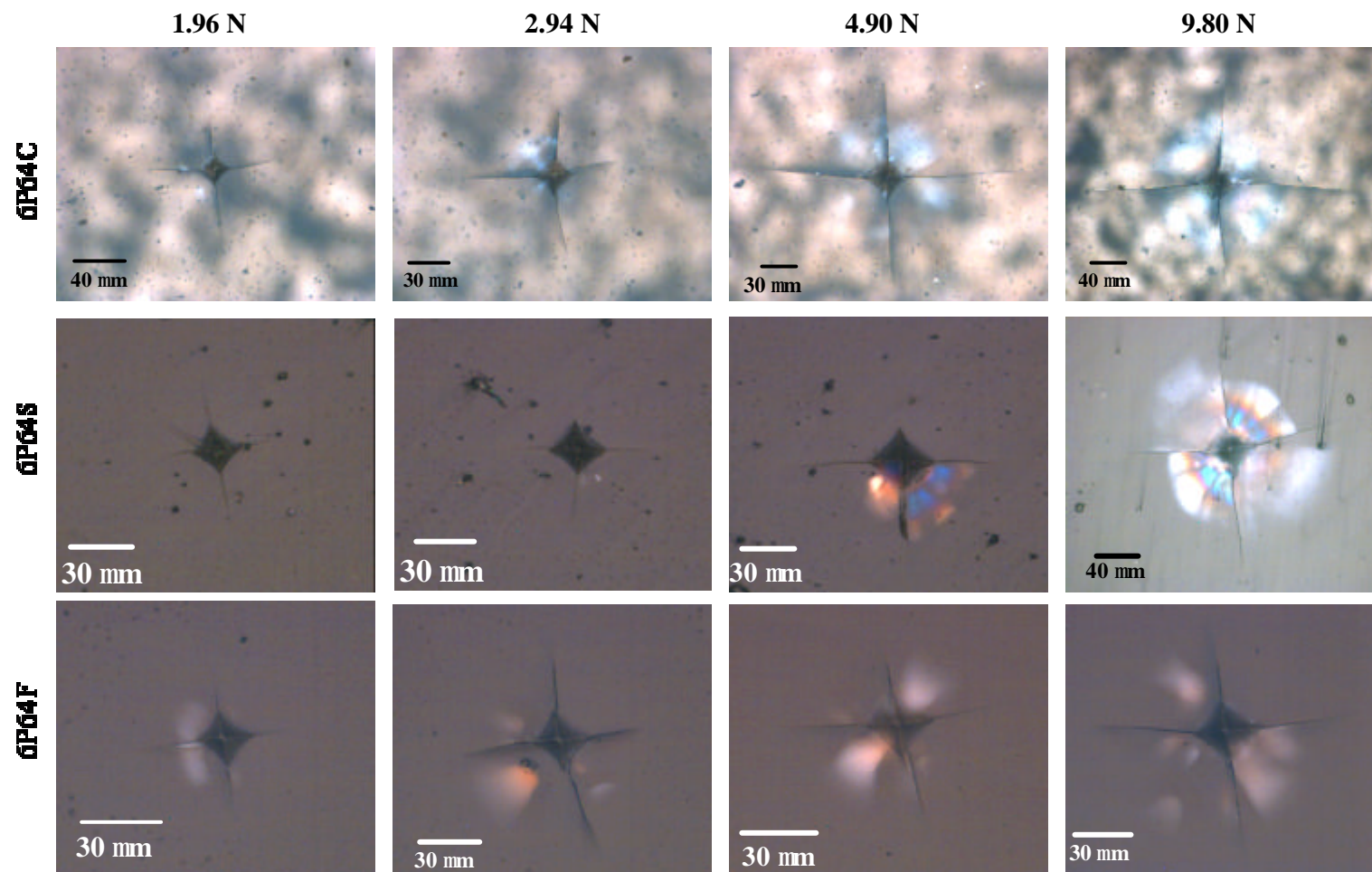


Figura 3.51. Fisuras de indentación Vickers en el recubrimiento y en los vidrios monolíticos para diferentes cargas de indentación.

carga umbral para el inicio de esta fisura guarda una proporcionalidad de la forma $P_{fl}^{th} \propto (K_{Ic}^0/H)^4 E$. De otro lado, la mayor resistencia del vidrio sinterizado a la formación de la fisura lateral, con respecto al fundido, puede explicarse por la influencia de la microfisuración uniformemente distribuida que presenta el primero. Esto se puede reflejar en una mayor deformación inelástica, menor rigidez del material circundante y más defectos en el límite entre la deformación inelástica y la elástica. Sin embargo, considerando la misma relación antes mencionada desarrollada por Marshall y col [166], la mayor carga para la formación de la fisura lateral en el sinterizado sugiere el predominio del efecto de un ligero aumento en la tenacidad debido a la microfisuración sobre la influencia de la reducción en la rigidez.

La comparación de la evolución en la longitud de la fisura radial, c , para las cargas incrementales, P , en el recubrimiento y en los vidrios monolíticos, es presentada en la Fig. 3.52. En esta figura se incluyen además las curvas teóricas estimadas a partir de la ec. 2.8 para posibles valores de tenacidad de fractura del vidrio. Como era de esperar, la evolución de c en los vidrios monolíticos sigue un comportamiento aproximado al de las curvas teóricas para K_{Ic}^0 entre 0.75 y 0.8 MPa·m^{1/2}. Por el contrario, la evolución de la longitud de la fisura en el recubrimiento muestra una clara desviación de esta tendencia, evidenciando un infravaloración de K_{Ic}^0 que aumenta con la carga de indentación. Nótese que si las fisuras radiales en el recubrimiento tuvieran una forma semi-circular ideal (*half-penny*), la profundidad de la fisura desde la carga de 2.94 N alcanzaría la intercara con el substrato. Las diferencias en las tenacidades de fractura de los tres materiales, estimadas directamente a partir de la ec. (2.8), se ilustran en la Fig. 3.53. La desviación del valor estimado para la carga de 0.98 N en los vidrios monolíticos puede estar asociada a la probable forma Palmqvist de la fisura, según ha sido reportado en trabajos anteriores [167].

Es evidente que la interacción de la fisura con el substrato de Ti6Al4V es uno de los factores que influye en la desviación de los valores de K_{Ic}^0 del recubrimiento calculados a partir de la ec. (2.8). A este factor se debe agregar además el efecto de las tensiones residuales debidas al desajuste en la expansión térmica y las posibles desviaciones de la geometría de la fisura con respecto a la forma *half-penny* ideal por el desajuste elástico entre el recubrimiento y el substrato. El análisis que se presenta a continuación pretende

considerar la influencia de estos factores con el propósito de refinar la estimación de la tenacidad de fractura a partir de fisuras de indentación Vickers.

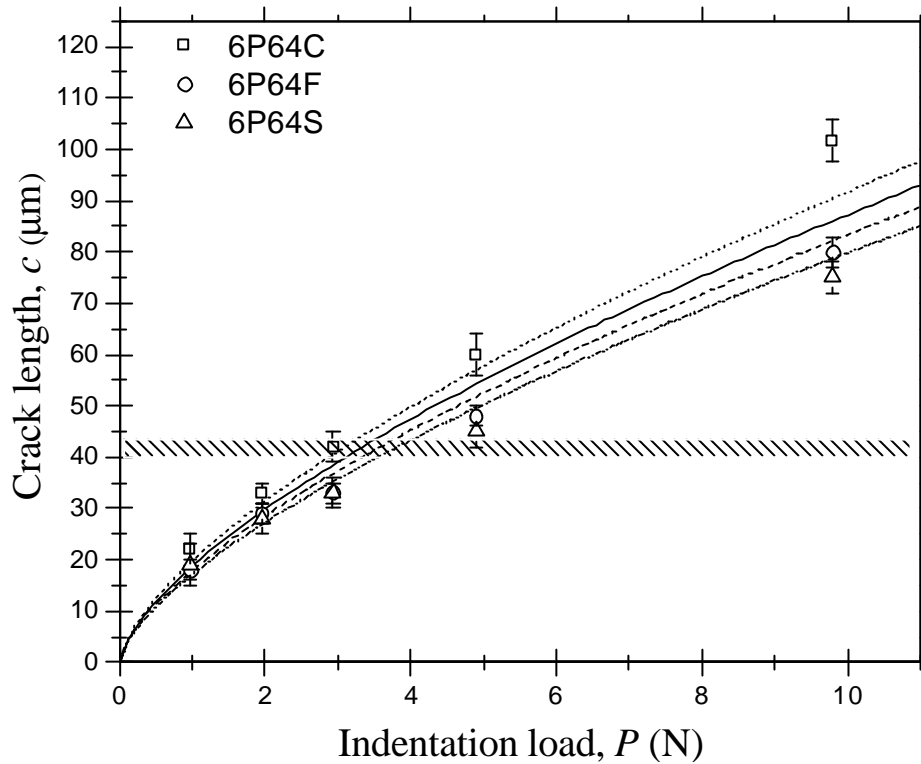


Figura 3.52. Evolución de la longitud de la fisura de indentación Vickers, c , en el recubrimiento y los vidrios monolíticos, para diferentes cargas de indentación. La región sombreada indica el espesor del recubrimiento.

3.2.4.1. Análisis de la influencia de las tensiones residuales

Como se expuso en el apartado 2.3.2, el aporte a la condición de equilibrio estable, de la tensión residual en un sólido frágil con fisuras de indentación Vickers esta dado por la expresión [168]:

$$K_{Ic}^0 = K_{resid} + K_{\sigma_{res}} = \chi_r \frac{P}{c^{3/2}} + \psi_0 \sigma_{res} c^{1/2} \quad (2.9)$$

Las variables en esta ecuación ya han sido definidas previamente (sección 2.3.2). Esta claro que la determinación de K_{Ic}^0 ó de σ_{res} , conociendo previamente uno de los dos parámetros, es directa a partir de esta ecuación. De otro lado, si el problema es determinar ambos parámetros, es evidente que si un gráfico de $c_r P / c^{3/2}$ vs. $y_0 c^{1/2}$

obedece a una línea recta, es posible su determinación para diferentes cargas de indentación: K_{Ic}^0 a partir del intercepto con el eje de las ordenadas y s_{res} a partir de la pendiente. En esta metodología se asume, inicialmente, que la forma de la fisura se mantiene semi-circular para todas las cargas utilizadas. En la Fig. 3.54 se presenta el gráfico $c_r P/c^{3/2}$ vs. $y_0 c^{1/2}$ para el recubrimiento y los vidrios monolíticos, elaborado a partir de los datos de carga y longitud de fisura en la Fig. 3.52. El parámetro c_r se ha calculado a partir de la ec. (2.7) y $y_0 = 1.29$ para el factor de intensidad de tensiones evaluado en un punto superficial de la fisura y asumiendo que las tensiones residuales son constantes sobre todo el perfil de la fisura.

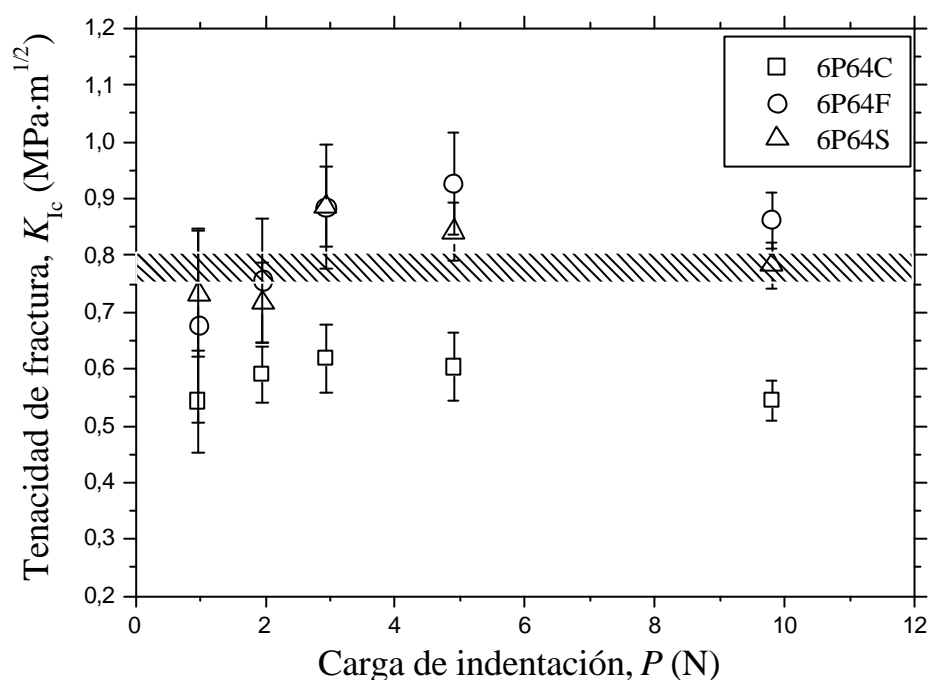


Figura 3.53. Tenacidad de fractura del recubrimiento y de los vidrios monolíticos en función de la carga de indentación, estimada directamente a partir de la expresión de Anstis y col. (ec. 2.8) utilizando las longitudes de fisura de la Fig. 3.52. La región sombreada indica el rango de posibles valores de K_{Ic} .

Los valores de K_{Ic}^0 y s_{res} que pueden ser inferidos para los vidrios monolíticos a partir de la Fig. 3.54 se aproximan al rango de valores esperados. La dispersión de los valores graficados puede estar asociada a la presunción de la constancia en la fisura semi-circular. De otro lado, el recubrimiento presenta un valor de K_{Ic}^0 ligeramente mayor al que se calcula directamente a partir de la ec. (2.8) pero todavía con una subvaloración importante. El valor de la tensión residual del recubrimiento, extraído a partir de la

pendiente de la curva, esta alejado de los valores probables estimados mediante la ec. (3.15). Como en el caso de los vidrios monolíticos, es probable que los posibles cambios en la forma de la fisura para las diferentes cargas este ejerciendo una influencia no despreciable en las estimaciones de K_{Ic}^0 y s_{res} . Por lo tanto, es indispensable el conocimiento de la evolución de la geometría de la fisura en el recubrimiento para las cargas utilizadas.

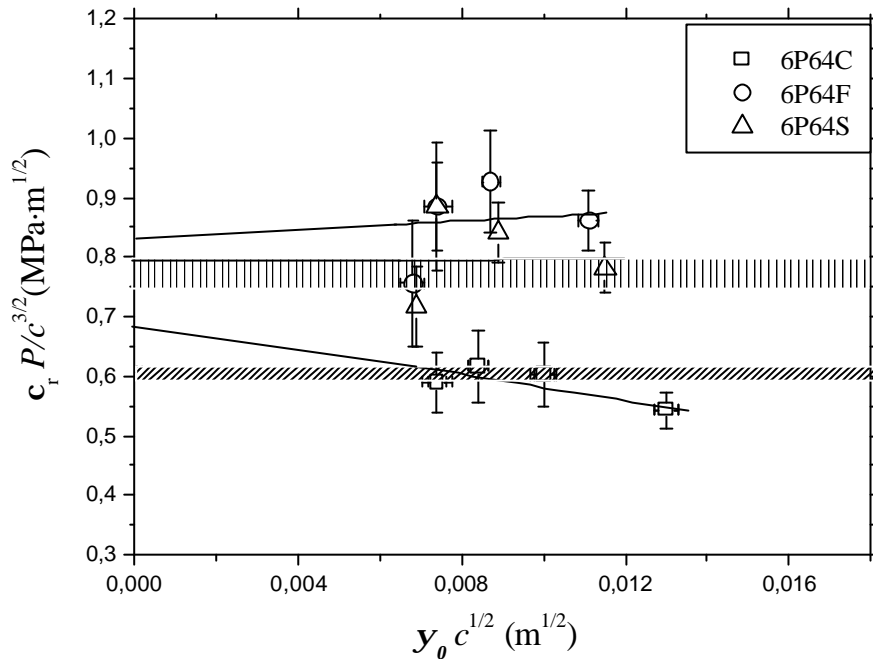


Figura 3.54. Gráfico de $c_f P/c^{3/2}$ vs. $y_0 c^{1/2}$ (ec. 2.9) para el recubrimiento y los vidrios monolíticos utilizando las longitud de fisura y cargas de indentación de la Fig. 3.52 asumiendo forma semi-circular ideal de las fisuras de indentación. Las regiones sombreadas indican el rango de posibles valores de K_{Ic} (región superior) y el valor estimado a partir de la expresión de Anstis y col. (ec. 2.8).

3.2.4.2. Análisis del cambio en la geometría de la fisura

Los posibles cambios en la geometría de la fisura para las cargas de indentación han sido analizados por observación de la sección transversal en el plano de dicha fisura mediante el pulido transversal. En la Fig. 3.55 se presentan las fotografías de la sección transversal de las fisuras producidas en el recubrimiento, después de pulir desde un borde lateral de la muestra hasta alcanzar el plano de la fisura. En esta figura se observa que las fisuras para las cargas de 0.49 y 0.98 N tienen la forma tipo palmqvist, tal y

como se esperaba teniendo en cuenta trabajos anteriores en los cuales se analizó la forma de las fisuras en vidrios biodegradables para bajas cargas de indentación [167]. De otro lado, la forma de las fisuras para las cargas entre 1.96 y 9.8 N (Figs. 3.55c a 3.55f) tienen la forma típica media-radial. Nótese como para la carga de 1.96 N (Fig. 3.55c), se pueden apreciar las marcas de la descarga media y completa, al igual que la evidencia de la existencia de cierto crecimiento subcrítico.

La presencia de la fisura lateral interceptando la fisura radial sólo se puede observar claramente para la carga de 9.8 N lo cual coincide con la observación de la fisura lateral completa desde una vista superior (Fig. 3.55f). Todas las fisuras entre 1.96 y 9.8 N muestran claramente la desviación de la forma semi-circular ideal, la cual es mayor al aumentar la carga como se muestra en la Fig. 3.56. Esta desviación está representada en un aumento en la elipticidad, $e = c/a$, en la cual la presencia del sustrato elásticamente diferente tiene un papel determinante, tanto en la extensión de la fisura media, a , como en la longitud final de la fisura radial durante la descarga, c . Los resultados de la elipticidad en función de la carga de indentación muestran claramente la mayor desviación para los mayores valores de carga, denotando, como cabría esperar, la mayor influencia del sustrato.

Con respecto a la máxima extensión de la fisura media, un primer razonamiento indica que la presencia del sustrato con mayor rigidez que el recubrimiento afecta, tanto al campo de tensión que genera la fisura, por el desajuste entre la deformación inelástica y la deformación elástica, como el constreñimiento alrededor de la punta de la fisura una vez formada. Concretamente, el campo de tensión se reduce y el constreñimiento por el volumen elástico circundante aumenta, reflejándose ambas cosas en una menor longitud de la fisura media y, por tanto, una mayor elipticidad. Utilizando este mismo razonamiento para analizar la influencia de la rigidez del sustrato en la extensión final de la fisura radial en la superficie, en principio, no se puede establecer una relación tan directa como en el caso anterior de la fisura media. Esto, si se considera que esta máxima extensión se debe fundamentalmente al campo de tensión debido a la recuperación elástica durante la descarga, la cual sería menor por la mayor rigidez del sustrato. Sin embargo, la evidente inhibición del crecimiento en profundidad del sistema medio-radial, mayor a medida que la fisura se aproxima a la intercara para las

mayores cargas de indentación, es coherente con el comportamiento de los datos experimentales que se observa en la Fig. 3.56.

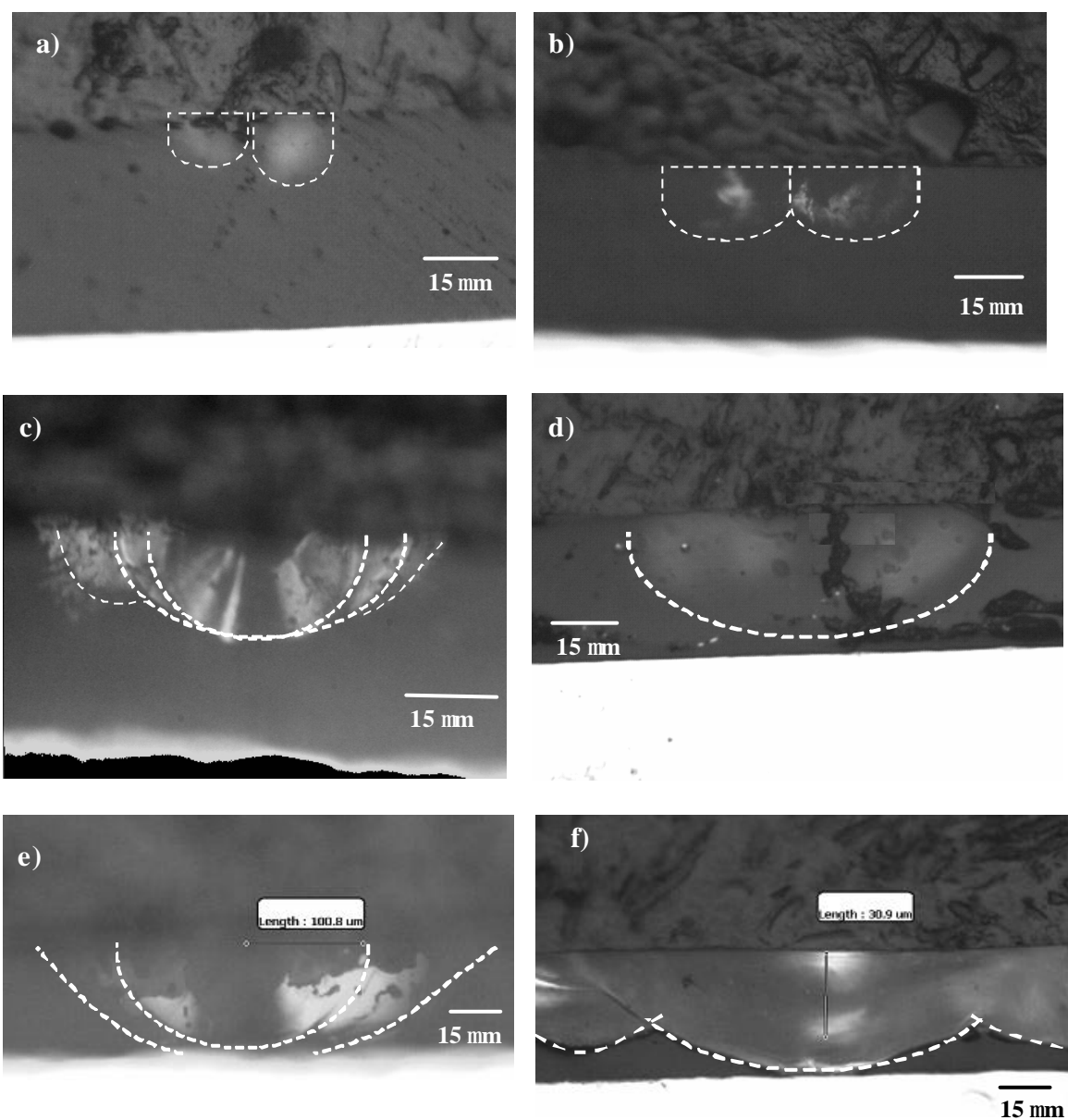


Figura 3.55. Forma transversal de las fisuras de indentación Vickers en el recubrimiento para diferentes cargas de indentación: a) $P = 0,49$ N (Palmqvist); b) $P = 0,98$ N (Palmqvist); c) $P = 1,96$ N (Semi-elíptica); d) $P = 2,94$ N; e) $P = 4,9$ N; f) $P = 9,8$ N.

Un análisis teórico más exhaustivo de la influencia de un substrato más rígido en la morfología de la fisura media-radial producida en un recubrimiento menos rígido, es posible a partir del trabajo de Lawn y col. [169] sobre la mecánica de fractura de este tipo de fisuras. La condición de equilibrio de esta fisura, considerando que el factor de

intensidad de tensiones se divide en un componente residual (irreversible), K_{resid} , y en un componente elástico (reversible), K_{eid} , puede ser separada en dos ecuaciones para las fases de carga y descarga:

$$\frac{\chi_e P}{C^{3/2}} + \frac{\chi_r P}{C^{3/2}} = K_{Ic}^0 \quad (\text{carga}) \quad (3.16a)$$

$$\frac{\chi_e P}{C^{3/2}} + \frac{\chi_r P_{\text{max}}}{C^{3/2}} = K_{Ic}^0 \quad (\text{descarga}) \quad (3.16b)$$

donde c_e y c_r son los coeficientes que caracterizan los campos de tensión elástico y residual, respectivamente, P es el valor instantáneo de la carga, C es la longitud instantánea de la fisura (media o radial), P_{max} es la carga máxima de indentación y K_{Ic}^0 es la tenacidad de fractura. Si se asume que la fisura mantiene su forma semi-circular durante su evolución, de la ec. (3.16) se deduce que las longitudes de equilibrio estarán dadas por:

$$\uparrow C_* = \left[\frac{(\chi_e + \chi_r) P_{\text{max}}}{K_{Ic}^0} \right]^{2/3} \quad (P = P_{\text{max}}) \quad (3.17a)$$

$$\downarrow C_* = \left(\frac{\chi_r P_{\text{max}}}{K_{Ic}^0} \right)^{2/3} \quad (P = 0) \quad (3.17b)$$

La condición establecida en esta ecuación sólo se verifica si la fisura alcanza su máximo crecimiento durante la descarga ya que de lo contrario implicaría reversibilidad en la longitud de la fisura. Para la fisura radial, en la cual el coeficiente del componente elástico del campo que genera la fisura es negativo ($c_e^c < 0$) es evidente que esta condición se cumple ($\downarrow C_* > \uparrow C_*$). Por tanto, se deduce que esta fisura crecerá hasta completar la descarga, como en efecto se ha observado experimentalmente [169]. De otro lado, en el caso de la fisura media, donde $c_e^a > 0$, debe existir entonces otro factor que restrinja su crecimiento durante la fase de carga, tal que la condición en la ec. (3.17) se verifique. Se cree que este factor lo aporta la superposición de una tensión de compresión superficial reversible ($c_e^a < 0$) que anula el efecto del campo de tensión (c_e^a

> 0), permitiendo que la fisura media alcance su máximo crecimiento durante la fase de carga como también se ha observado experimentalmente [169].

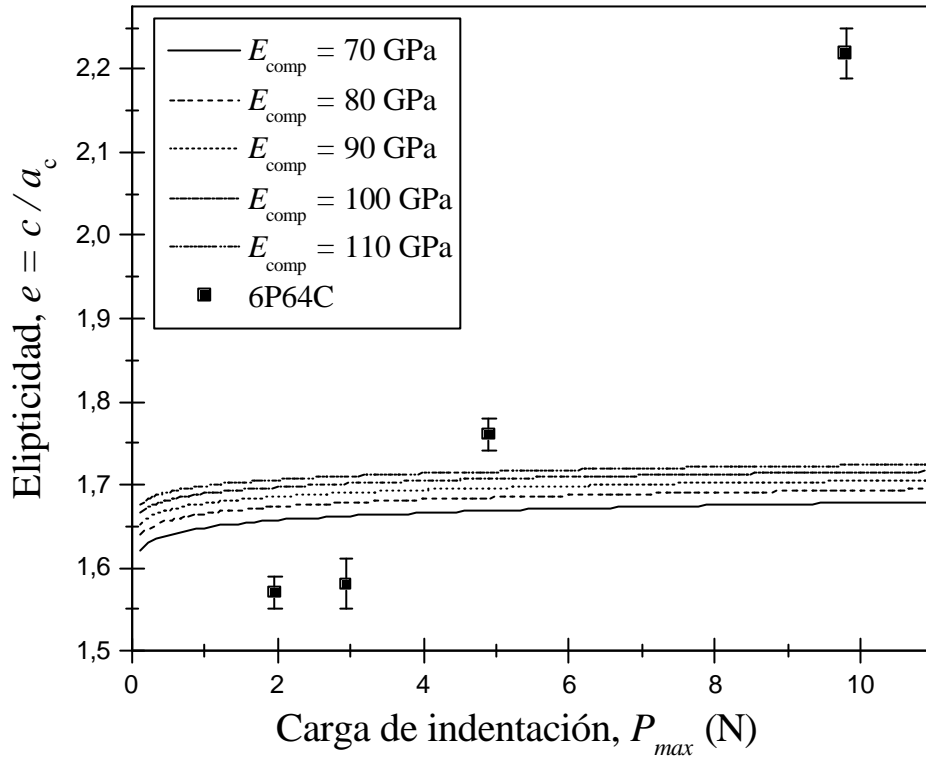


Figura 3.56. Comportamiento de la elipticidad de la fisura de indentación Vickers observada experimentalmente en el recubrimiento y curvas de predicción a partir de la ec. (3.22).

El signo de los coeficientes del componente elástico asociado a las fisuras media y radial, c_e^a y c_e^c , se extrae a partir de la distribución de la tensión normal al plano de las fisuras en el régimen elástico obtenida de los resultados de Boussinesq para una carga puntual (Fig. 3.57). En esta distribución se observa que la tensión normal a la fisura media es de tracción ($f = 0$, $c_e^a > 0$), mientras que en la dirección del crecimiento de la fisura radial, la tensión es de compresión ($f \pm 90$, $c_e^c < 0$). Estas predicciones han sido corroboradas experimentalmente en el vidrio común mediante la calibración de estos coeficientes utilizando curvas de carga de indentación normalizada, P / P_{max} , contra la longitud de las fisuras normalizada, $C^{3/2} K_{Ic}^0 / P_{max}$. Los valores así obtenidos fueron $c_e^a = 0.032 \pm 0.008$ y $c_e^c = -0.045 \pm 0.002$ [169].

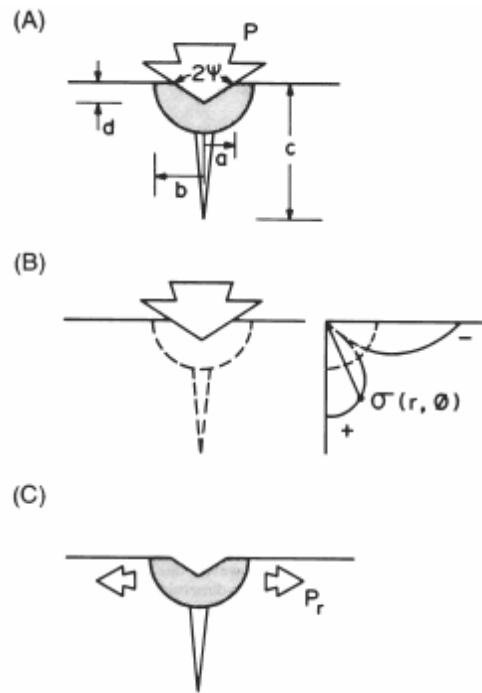


Figura 3.57. Sistema de la fisura media-radial: A) Configuración elasto-plástica en carga máxima dividida en un componente elástico (B) más un componente residual (C) en la descarga. La carga de indentación determina la intensidad de las fuerzas conductoras de las fisuras: el componente elástico esta caracterizado por la distribución de la tensión previa (B) normal al plano de la fisura, mientras el componente residual se caracteriza por una fuerza residual de apertura que actúa en el centro debido a la zona plástica que se expande radialmente [169].

Por tanto, considerando lo anterior, la elipticidad de equilibrio puede expresarse de la forma:

$$e_* = \frac{c_*}{a_*} = \frac{(\chi_r^c)^{2/3}}{(\chi_e^a + \chi_r^a)^{2/3}} \quad (3.18)$$

donde los coeficientes adimensionales de los campos de tensión están dados por las expresiones:

$$\chi_r^{a,c} = \zeta_r^{a,c}(\phi) \left(\frac{E}{H} \right)^{1-m^{**}} (\cot \psi^*)^{2/3} \quad (3.19)$$

donde $\mathbf{z}_r(\mathbf{f})$ es una función adimensional independiente del sistema indentador/material (a y c denotan fisura media y radial, respectivamente), m^{**} es el exponente que resulta del análisis de cavidad elasto-plástica ($m^{**} \approx 0.5$) y ψ^* es el ángulo del indentador ($\psi^* = 74^\circ$), y para el componente elástico:

$$\chi_e^a = \zeta_e^a(\phi) \ln\left(\frac{2a_*}{b}\right) \quad (3.20)$$

donde $\mathbf{z}_c(\mathbf{f})$ es otra función adimensional y b es el radio de la deformación inelástica:

$$b \approx \left(\frac{E^{1/2}}{H}\right) (\cot \psi^*)^{1/3} P_{\max}^{1/2} \quad (3.21)$$

De la manipulación de las ecs. (3.19) a la (3.21) se demuestra que la elipticidad queda definida como:

$$e_* = \frac{(\zeta_c)^{2/3}}{(\zeta_r^a)^{2/3} \left(\frac{\chi_e^a}{\chi_r^a} + 1\right)^{2/3}} = \frac{(\zeta_c)^{2/3}}{(\zeta_r^a)^{2/3} [1 - f(E/H, P_{\max})]^{2/3}} \quad (3.22)$$

donde la función $f(E/H, P_{\max})$ esta dada por la expresión:

$$f(E/H, P_{\max}) \approx \frac{\ln\left[\left(\frac{E^{1/2}}{H}\right) (\cot \psi^*)^{1/3} P_{\max}^{1/2}\right]}{\left(\frac{E}{H}\right)^{1-m^{**}} (\cot \psi^*)^{2/3}} + 0.2 \quad (3.23)$$

La ec. (3.22) muestra como, tanto el aumento en el modulo de Young como en la carga de indentación, se reflejan en una mayor elipticidad. También se nota como este aumento en e_* esta controlado por la restricción en el crecimiento en la profundidad, es decir, de la fisura media, debido al efecto del componente elástico ($\mathbf{c}_e^a < 0$) que inhibe su crecimiento más de lo que sucede en un sólido semi-infinito homogéneo como se mencionó antes. Estas predicciones coinciden de manera aproximada con lo observado

experimentalmente en la Fig. 3.56: para los menores valores de carga, la elipticidad es superior a 1, pero con un crecimiento moderado en el cual predomina la influencia del incremento de carga. De otro lado, para cargas mayores, la desviación sufre un incremento mayor ya que, además de la carga, la influencia de la mayor rigidez del substrato aumenta a medida que la fisura se aproxima a la intercara. Para cargas suficientemente elevadas es posible que un aumento en el máximo crecimiento de la fisura radial, c , también influya en la elipticidad definitiva considerando que en la ec. (3.17a), el coeficiente c_r^c puede aumentar con respecto a c_e^c , aumentando su crecimiento durante la fase de carga.

Nótese que las curvas graficadas simultáneamente con los resultados experimentales, utilizando la ec. (3.22) para posibles valores del modulo de Young del compuesto recubrimiento/substrato (Fig. 3.56), muestran la misma coherencia antes mencionada: los datos experimentales de menor carga están más cercanos de la curva con el menor modulo de Young. De los datos correspondientes a una mayor carga, uno de ellos está bastante cercano a la curva del modulo de Young del substrato. Sin embargo, el de mayor carga, presenta una elipticidad considerablemente mayor probablemente asociada al hecho de que la fisura puede estar justo en contacto con la intercara, lo cual podría modificar el comportamiento elastoplástico en caso de que se presente alguna delaminación. Además, al estar tan cerca de la intercara o justo en contacto con ella, el desajuste elástico determina el factor de intensidad de tensiones en la punta de la fisura. El papel del desajuste elástico será considerado más adelante mediante la incorporación de los parámetros de Dundurs [170]. Cabe destacar además que en el análisis anterior no se ha considerado el papel de la tensión residual en el recubrimiento el cual, si la tensión es de compresión, también será de inhibición del crecimiento de la fisura media, especialmente para las cargas mayores de indentación ya que, la tensión residual es mayor cerca de la intercara. Esto también es consistente con la tendencia de la elipticidad observada en la Fig. 3.56.

3.2.4.3. Factores de corrección al cambio en la geometría de la fisura

El conocimiento del comportamiento de la elipticidad de la fisura media-radial para las diferentes cargas de indentación permite ahora analizar su influencia en la estimación de

K_{Ic}^0 y S_{res} siguiendo la misma metodología de la pendiente y el intercepto a partir de la ec. (2.9). Esto es posible a través de la introducción de factores de corrección de los factores de intensidad de tensiones, que consideren el cambio de la elipticidad de la fisura. Para ello, se utilizarán a continuación los factores propuestos por Smith y Scattergood [171] en su trabajo de flexión monotónica en muestras de vidrio con fisuras de indentación Vickers. En su trabajo, el factor de corrección por cambio de elipticidad para el componente debido a la tensión de flexión, tensión residual en la ec. (2.9), se obtiene a partir de la expresión desarrollada por Newman y Raju [172]. De esta forma, el factor geométrico se expresa de manera general como $Y(e) = Y_0 f_{bend}$, donde $Y_0 = 1.29$ es el factor para una fisura semi-circular (ver sec. 2.3.2) y f_{bend} es el factor de corrección de la elipticidad para la componente de flexión ($f_{bend} = 1$ para $e = 1$), $f_{\sigma_{res}}$ para el equilibrio en la ec. (2.9). El factor de corrección de elipticidad para el factor de intensidad de tensiones debido a la indentación, K_{resid} , ha sido derivado a partir del método de Oore y Burns [173] para estimar el factor de intensidad de tensiones de fisuras irregulares embebidas bajo modo I de sollicitación. Así, a partir de la aproximación de una fuerza puntual normal al plano de la fisura utilizada para describir el campo de tensión residual debido a la indentación, se demuestra que el factor de corrección de K_{resid} está dado por $F_{resid} = f_{resid} g_{resid}$, donde f_{resid} es la corrección para la fisura embebida y g_{resid} es una corrección por el efecto de superficie libre, el cual ya está incluido en el factor $f_{\sigma_{res}}$ que se calcula a partir de la expresión de Newman y Raju. La inclusión de los factores anteriores en la condición de equilibrio de la ec. (2.9) conduce a la siguiente expresión:

$$K_{Ic}^0 = K_{resid} + K_{\sigma_{res}} = F_{resid}(e) \chi_r \frac{P}{c^{3/2}} + f_{\sigma_{res}}(e) \psi_0 \sigma_{res} c^{1/2} \quad (3.24)$$

Nuevamente, el gráfico de $F_{resid}(e) \chi_r P/c^{3/2}$ vs. $f_{\sigma_{res}}(e) Y_0 c^{1/2}$ permite la determinación de K_{Ic}^0 y S_{res} . El factor $F_{resid}(e) = f_{resid} g_{resid}$ se asume, en principio, igual al estimado por Smith y Scattergood y, por tanto, se puede calcular directamente a partir de las curvas obtenidas en su trabajo (Fig. 3.58). De otro lado, el cálculo del factor $f_{\sigma_{res}}$ requiere un tratamiento diferente al realizado por estos autores ya que, en el caso del recubrimiento, la relación profundidad de fisura/espesor, a/d , no puede considerarse aproximadamente cero, debido a la existencia de la intercara. Así, tomando como referencia el espesor del

recubrimiento, la relación antes mencionada tiene un valor finito que debe ser considerado en el cálculo del factor $f_{\sigma_{res}}$. Como en el trabajo de Smith y Scattergood [171], el cálculo de $f_{\sigma_{res}}$ se hace mediante la ecuación de Newman y Raju [172] para estimar el factor de intensidad de tensiones de una fisura superficial y aparece en el Apéndice A1 como $y(e, a/d) = f_{\sigma_{res}} y_0$. En la Fig. 3.59 se muestra el comportamiento del factor corregido, $y(e, a/d)$, en función de la elipticidad para diferentes valores de la relación a/d . Esta claro que en este caso el factor geométrico para una fisura semi-circular ya no es 1.29 como en el caso de un sólido semi-infinito homogéneo.

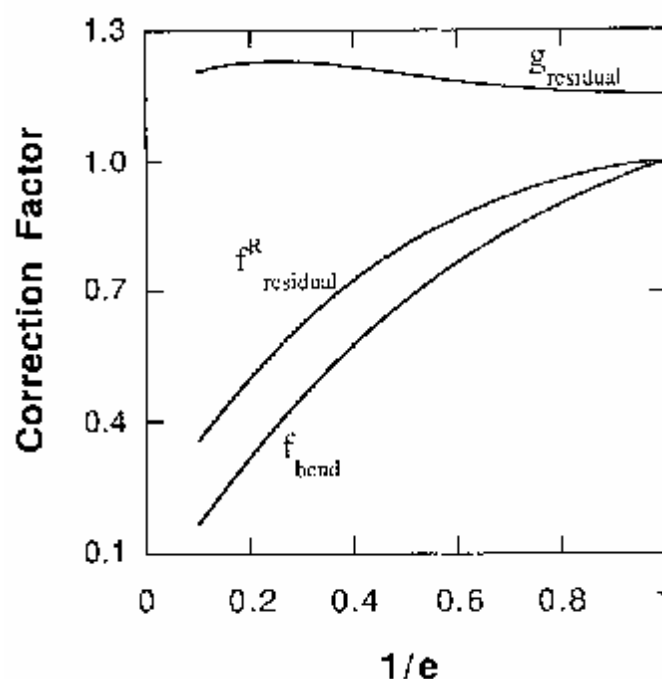


Figura 3.58. Factor de corrección del factor de intensidad de tensiones debido al cambio en la elipticidad de la fisura de indentación Vickers [171].

Una vez calculados los factores de corrección de elipticidad antes definidos fue posible graficar la curva $F_{resid}(e) c_r P / c^{3/2}$ vs. $f_{\sigma_{res}}(e) y_0 c^{1/2}$ (Fig. 3.61) utilizando los valores de los parámetros extraídos de las Figs. 3.55 y 3.56 y de la Fig. 3.58 perteneciente al trabajo de Smith y Scattergood [171]. La Fig. 3.60 muestra que la introducción de los factores de corrección de elipticidad en los componentes del factor de intensidad de tensiones permite obtener una tenacidad de fractura considerablemente más ajustada al valor esperado ($\sim 0.80 \pm 0.13 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$), demostrando la importancia del cambio en la morfología de la fisura al aumentar la carga de indentación. Sin embargo, como en el

caso en el cual no se han incluido estos factores de corrección, la estimación de la tensión residual a partir de la pendiente de la curva en la Fig. 3.60, aunque que su magnitud es similar a la esperada ($\sim (+) 21.5 \pm 10.6$ MPa), su sentido (tracción) es opuesto al estado de compresión en el que probablemente esta el recubrimiento según lo observado en la Fig. 3.46. En la Fig. 3.60 se incluyen también los resultados de considerar que $a/d = 0$ para el cálculo del factor $\gamma(e, a/d)$, es decir, considerando la fisura en la superficie de un sólido homogéneo semi-infinito. La curva obtenida con estos resultados sirve para acotar los posibles resultados ya que la condición $a/d \neq 0$, con la intercara como referencia, puede considerarse como el otro caso extremo. Es evidente el mayor error en el que se incurre debido a la consideración de la relación $a/d = 0$, obteniéndose valores de K_{Ic}^0 y \mathbf{s}_{res} totalmente desviados de lo esperado.

3.2.4.4. Factores de corrección debidos a la presencia del substrato elásticamente diferente

Los resultados obtenidos hasta ahora de K_{Ic}^0 y \mathbf{s}_{res} pueden ser refinados si se considera la posible modificación de los factores de intensidad de tensiones en la ec. (2.9) debido a la presencia del substrato cerca del frente de la fisura. Una aproximación a esta modificación es posible partiendo del trabajo de Hutchinson y Suo [149] sobre fisuras superficiales en un recubrimiento, cerca de la intercara con otro material elásticamente diferente, sometidas a tracción o compresión. Su trabajo consiste en modelizar la situación como una fisura bajo un estado de deformación plana, utilizando para ello resultados previos de Gecit [174] y Beuth [175]. Concretamente, su análisis se basa en considerar que el factor de intensidad de tensiones adimensional, $K/\mathbf{s}d^{1/2}$, depende solamente de la profundidad relativa de la fisura, a/d , y de la influencia del desajuste elástico según el frente de la fisura se acerca a la intercara, representada por los parámetros de Dundurs, \mathbf{a}_D y \mathbf{b} [170].

Una fisura perpendicular a una intercara y con su punta justo en contacto con ella, $a/d \rightarrow 1$, presenta una singularidad en la tensión que obedece, según el trabajo de Zak y Williams [176], a la expresión:

$$\sigma_{ij} \approx \tilde{K} r^{-s} f_{ij}(\theta) \quad (3.25)$$

donde (r, \mathbf{q}) es la coordenada polar centrada en la punta, \tilde{K} es un factor de escala de carácter análogo al factor de intensidad de tensiones convencional (K), s es el exponente de singularidad y $f_{ij}(\mathbf{q})$ son funciones angulares adimensionales. El exponente de singularidad ($0 < s < 1$) depende del desajuste elástico (\mathbf{a}_D y \mathbf{b}) y ha sido calculado numéricamente [175].

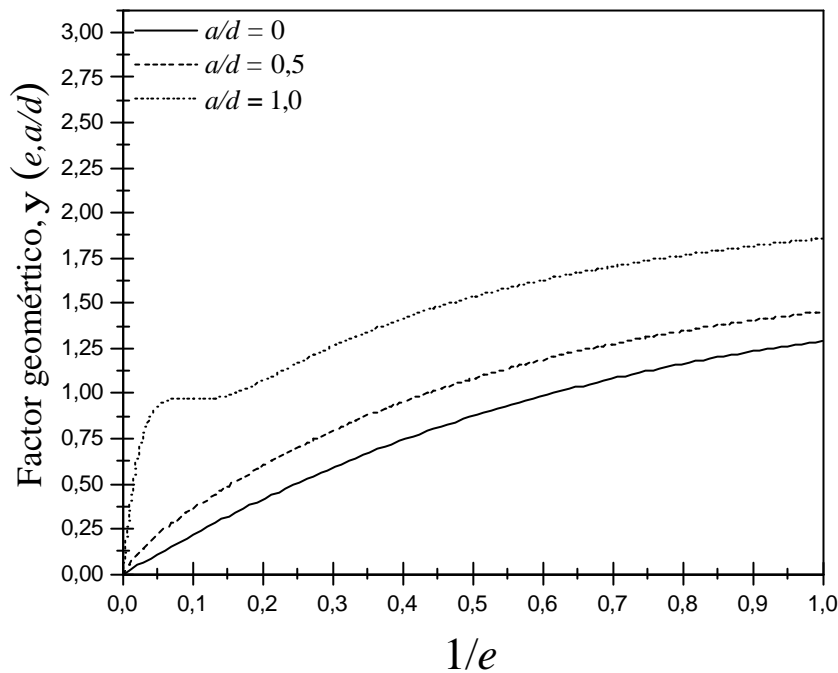


Figura 3.59. Factor geométrico del factor de intensidad de tensiones debido a la tensión residual en términos de la elipticidad de la fisura.

Según la ec. (3.25), para una fisura que alcanza la intercara ($r = d$) se cumple que:

$$\tilde{K} \sim s d^s \quad (3.26)$$

A medida que la punta de la fisura se aproxima a la intercara, pero todavía dentro del recubrimiento ($a/d \rightarrow 1$), el campo de tensiones alrededor es esencialmente el mismo que se presenta para $a/d = 1$, gobernado por el factor \tilde{K} . Mediante análisis dimensional se demuestra que los factores K y \tilde{K} están relacionados según la expresión:

$$K \sim \tilde{K}(d-a)^{\frac{1}{2}-s} \quad (3.27)$$

De las ecs. (3.26) y (3.27) se demuestra que:

$$K/\sigma d^{1/2} \sim \left(1 - a/d\right)^{\frac{1}{2}-s}, \quad a/d \rightarrow 1 \quad (3.28)$$

A partir de estas consideraciones, Beuth [175] ajustó su solución numérica a la expresión:

$$K/\sigma d^{1/2} = 1,1215\pi^{1/2}(a/d)^{1/2}(1-a/d)^{(1/2)-s} \left(1 + \delta^* a/d\right) \quad (3.29)$$

donde, tanto el exponente de la singularidad, s , como el parámetro de ajuste \mathbf{d}^* , dependen del desajuste elástico (\mathbf{a}_D y \mathbf{b}) y se han obtenido por solución numérica. El hecho de que la ec. (3.29) sea, estrictamente hablando, una solución del factor de intensidad de tensiones evaluado en el punto A del frente de la fisura, cuando $a/d \rightarrow 1$, implica que esta expresión tiene un error inherente de un pequeño porcentaje para valores intermedios de a/d . Sin embargo, para el caso de las fisuras de indentación Vickers aquí analizadas esta limitación no ejerce una influencia importante teniendo en cuenta que las relaciones a/d observadas experimentalmente (Fig. 3.55) han sido siempre mayores a 0.5.

Por tanto, evaluando ahora en el punto A de la fisura los componentes del factor de intensidad de tensiones en la condición de equilibrio, ec. (2.9), para facilitar la introducción de los factores de modificación de la ec. (3.29), se obtiene una nueva expresión de la forma:

$$K_{Ic}^0 = F_{resid}^A(e) \mathcal{K}_r \frac{P}{a^{3/2}} \left(1 - \frac{a}{d}\right)^{\frac{1}{2}-s} \left(1 + \delta^* \frac{a}{d}\right) + \Psi^A(e, a/d) \sigma_{res} a^{1/2} \left(1 - \frac{a}{d}\right)^{\frac{1}{2}-s} \left(1 + \delta^* \frac{a}{d}\right) \quad (3.30)$$

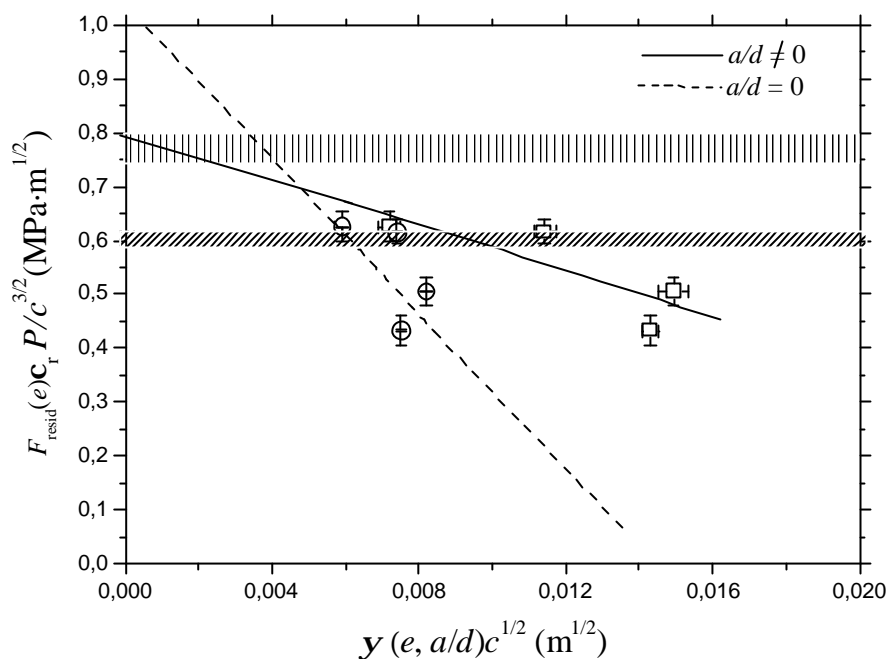


Figura 3.60. Introducción de los factores de corrección de elipticidad en los factores de intensidad de tensiones de la ec. (2.9) para la estimación de K_{Ic}^0 y s_{res} como en la Fig. 3.54. Las regiones sombreadas indican el rango de posibles valores de K_{Ic} (región superior) y el valor estimado a partir de la expresión de Anstis y col. (ec. 2.8).

En el Apéndice A2 se demuestra que el factor de intensidad de tensiones debido a la indentación, evaluado en el punto A, tiene la forma $K_{resid}^A = f_{resid}^A c_r P/a^{3/2}$, donde $f_{resid}^A = F_{resid}^A = e^{1/2} f_{resid}^B$, por lo que se puede estimar a partir de los valores del factor evaluado en el punto B, como en el caso anterior. El factor de corrección por superficie libre, g_{resid}^A , se asume igual a 1, al tratarse de un punto al interior del material. El factor $y^A(e, a/d)$ ha sido estimado de manera similar al factor $y^B(e, a/d)$, como se describe en el Apéndice A1. Los parámetros que introducen la influencia del desajuste elástico, $s = 0.45$ y $d^* = -0.03$, se han calculado numéricamente en el trabajo de Hutchinson y Suo [150] a partir de los valores de los parámetros de Dundurs para el sistema vidrio/Ti6Al4V, $a_D = -0.2462$ y $b = -0.1121$. Siguiendo nuevamente la metodología del intercepto y la pendiente para la estimación de K_{Ic}^0 y s_{res} , respectivamente, se ha graficado en la Fig. 3.61 la curva $(F_{resid}^A c_r P/a^{3/2})(1-a/d)^{(1/2)-s}(1+d^* a/d)$ vs. $y^A(e, a/d)a^{1/2}(1-a/d)^{(1/2)-s}(1+d^* a/d)$, según la ec. (3.30). El valor de tenacidad de fractura estimado a partir del intercepto de la curva con el eje de las ordenadas ($K_{Ic}^0 \sim 0.84 \pm 0.12$ MPa·m^{1/2}) se encuentra en buena concordancia con los valores esperados. De otro

lado, la introducción de los factores de modificación en la condición de equilibrio ha invertido el signo de la pendiente de la curva, tal que esta vez si coincide con la tensión residual de compresión en el recubrimiento. Sin embargo, el valor numérico aparece sobrevalorado ($s_{res} \sim (-) 90.6 \pm 20.5$ MPa), considerando el rango de posibles valores que se pueden extraer de la Fig. 3.46.

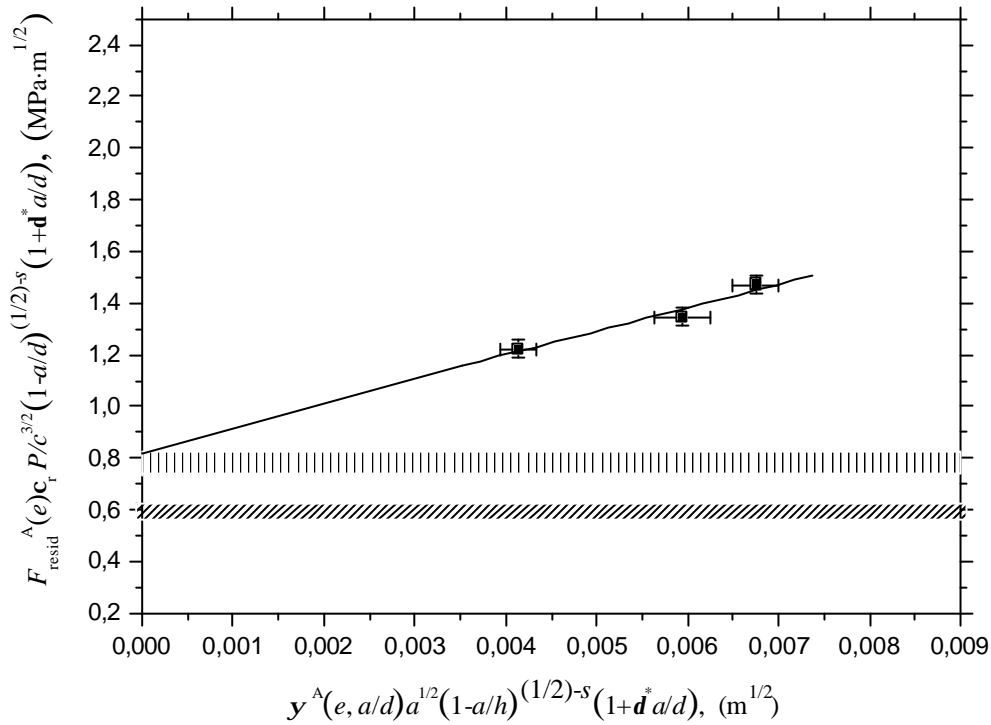


Figura 3.61. Introducción de la modificación de los componentes del factor de intensidad de tensiones en la ec. (2.9) debido a la presencia de un material elásticamente diferente cerca del frente de la fisura de indentación Vickers. Las regiones sombreadas indican el rango de posibles valores de K_{Ic} (región superior) y el valor estimado a partir de la expresión de Anstis y col. (ec. 2.8).

La inconsistencia observada en el valor de s_{res} puede estar relacionada con las aproximaciones hechas para introducir los factores que aparecen en la ec. (3.30): 1. La expresión utilizada para el factor de intensidad de tensiones debido a la indentación, evaluado en el punto A de la fisura, (Apéndice A2) no incluye el coeficiente del componente elástico, c^a_e (ec. 3.20). Este coeficiente, a diferencia de lo que sucede en un sólido monolítico homogéneo en el cual se anula durante la fase de carga, puede tomar en este caso un valor negativo por la mayor rigidez del sustrato. Por tanto, en la ec. (3.30), el coeficiente c sería estrictamente igual $c^a_e + c^a_r$. En esta aproximación se ha

utilizado $c = c_r^a$; 2. En el factor de intensidad de tensiones debido a la indentación no se ha evaluado la influencia de la relación finita a/d en el factor de elipticidad como si se hizo en el factor debido a la tensión residual, a partir del trabajo de Newman y Raju [172]. Esta carencia se ha debido a que el trabajo original de Oore y Burns [173] no incluye en su desarrollo el papel del espesor del material. Este error está también incluido en la condición de equilibrio de la ec. (3.24) y, por tanto, en los resultados extractados de la Fig. 3.60; 3. La modificación del factor de intensidad de tensiones en la ec. (3.29) corresponde al caso convencional de una fisura de borde en un sólido semi-infinito bajo una tensión constante, $K \rightarrow 1,1215 (pa)^{1/2} S$, cuando esta fisura se aproxima a una intercara con otro material elásticamente diferente. La extensión en la aplicación de este factor al caso del K_{resid}^A se ha hecho a partir de un análisis dimensional directo sin considerar en detalle el hecho de que este factor de intensidad de tensiones corresponde al de una carga puntual que actúa en el centro de una fisura; 4. Nótese que en la Fig. 3.61 sólo se presentan tres datos ya que los valores para la carga de 9.8 N no se ha incluido debido a que el valor correspondiente de $a/d = 1$, está fuera del rango de validez de la ec. (3.30), como se puede ver directamente.

La sobrevaloración de las tensiones residuales estimadas con esta corrección, con respecto al valor esperado si se asumen uniformes en todo el espesor, pueden ser también una consecuencia de la evaluación del factor de intensidad de tensiones que se ha hecho en la punta de la fisura más cercana a la intercara. Teniendo en cuenta que generalmente se acepta que las tensiones residuales térmicas son mayores cerca de la intercara, esto podría explicar el mayor valor estimado a partir de la Fig. 3.61.

A pesar de las limitaciones mencionadas, la inclusión de los factores de modificación de los factores de intensidad de tensiones en la condición de equilibrio, mediante la metodología del intercepto y la pendiente, ha mostrado la posibilidad de refinar los resultados, especialmente en el sentido de las tensiones residuales. Los resultados muestran que la inclusión de los factores de corrección de la elipticidad en los componentes de la condición de equilibrio parece ser suficiente para una apropiada estimación de la tenacidad de fractura y de la magnitud aproximada de la tensión residual.

3.2.5. Conclusiones

En este apartado se ha estudiado la respuesta del recubrimiento monocapa 6P64C al contacto monotónico. Además, para dilucidar los mecanismos de daño en el recubrimiento, se han estudiado también vidrios monolíticos fundidos y sinterizados con la misma composición química del recubrimiento (6P64F y 6P64S). A continuación se resumen las conclusiones más relevantes de este estudio, las cuales se han dividido en función de la sección correspondiente:

3.2.5.1. Respuesta al contacto Hertziano monotónico

El primer daño observado durante el contacto Hertziano monotónico con esferas de WC-Co con radios entre 0.2 y 2.5 mm, tanto en el recubrimiento como en los vidrios monolíticos, ha sido la fisura anillo. La carga crítica para la formación de esta fisura, P_{ca} , en los vidrios monolíticos, sigue razonablemente bien la ley de Auerbach, $P_{ca} \propto R_e$. Por el contrario, el recubrimiento presenta una clara desviación de este comportamiento debido a la formación prematura de la fisura anillo para todas las esferas utilizadas. Esta desviación se debe a la deformación plástica del sustrato que se inicia desde una carga mucho menor que el de P_{ca} y que aumenta la tensión de tracción radial máxima que actúa en la superficie del recubrimiento, justo afuera del círculo de contacto. Esta tensión es mayor a la que se presenta en los vidrios monolíticos para el mismo valor de carga máxima. La deformación plástica previa del sustrato se debe a la tensión de cizalladura que se induce en la intercara, suficiente para superar el valor crítico para plastificar.

La deformación plástica del sustrato ejerce también un papel determinante en la secuencia de daños posteriores que se presentan en el recubrimiento. En los vidrios monolíticos, después de la fisura anillo, se presenta la fisura cónica para cargas ligeramente superiores, mientras que para el siguiente daño, la fisura radial, se requiere un incremento importante en la carga. De otro lado, en el recubrimiento, la fisura cónica también aparece para una carga un poco superior pero, los daños siguientes (fisura radial y la delaminación) se presentan casi inmediatamente después dentro de un estrecho rango de cargas que no supera los 20 N. La fisura radial se forma a partir de la

intercara a consecuencia de la tensión de flexión biaxial que se induce por la deformación plástica del sustrato. La delaminación del recubrimiento se evidencia por la aparición de franjas de interferencia en la intercara debido a la separación entre el recubrimiento y el sustrato. Esta delaminación es también consecuencia de la deformación plástica del metal que, sumada a las fisuras radiales, induce tensiones de cizalladura en la intercara suficientemente elevadas para delaminar el recubrimiento.

La comparación entre los valores de carga crítica para el inicio de la deformación plástica del sustrato con un radio de esfera intermedio (1.25 mm), con y sin recubrimiento, muestran el apantallamiento de la tensión cizallante que se induce en la intercara. Esto demuestra el efecto protector de cargas concentradas que ejerce el recubrimiento sobre el sustrato, además de su potencial aplicación como protección contra la corrosión en ambiente fisiológico. Este efecto protector se presenta a expensas del mayor deterioro del recubrimiento con respecto a los vidrios monolíticos, debido a la deformación plástica del sustrato. Cuando el radio de esfera se aproxima al contacto puntiagudo ($R_e = 25 \mu\text{m}$) el efecto protector del recubrimiento se ve reducido debido a que la tensión es suficientemente elevada para producir la deformación inelástica en el recubrimiento antes de la fisura anillo. Esta deformación reduce el apantallamiento de la tensión de cizalladura en la intercara y, además, permite que la secuencia de daños sea muy similar entre el recubrimiento y los vidrios monolíticos, a diferencia de lo observado para los radios de esfera mayores.

3.2.5.2. Tenacidad de fractura a partir de la fisuración por contacto Hertziano

Se ha propuesto la utilización de un factor de intensidad de tensiones, modificado y simplificado a partir de trabajos previos, para la estimación de la tenacidad de fractura, tanto de los vidrios monolíticos como del recubrimiento, a partir del valor de la carga crítica para la fisura anillo. La consistencia del análisis realizado con los valores de los defectos críticos precursores de la fisura anillo y con valores de tenacidad de fractura estimados por otros métodos demuestran la validez de este factor de intensidad de tensiones. Además, en el caso del recubrimiento, la utilización de este factor ha corroborado la influencia del incremento en la tensión de tracción radial máxima que

actúa en la superficie debido a la deformación plástica del sustrato, F_{ys} , en la carga crítica para la fisura anillo y, por tanto, en el valor de tenacidad de fractura estimado.

La expresión obtenida para el factor de intensidad de tensiones sobre un defecto superficial debido al contacto Hertziano ha sido también utilizada para analizar el estado tensional en la superficie del recubrimiento, de ser utilizado directamente sobre un implante dental de Ti6Al4V. El análisis del valor de los factores de intensidad de tensiones correspondientes a las tensiones concentradas en la intercara implante-hueso (calculadas mediante FEM), han mostrado que estos factores estarían muy por debajo del valor de la tenacidad de fractura del recubrimiento. Este resultado, es una primera aproximación que sugiere que la fiabilidad del comportamiento mecánico del recubrimiento, para ser utilizado como única capa sobre un implante dental, esta garantizada.

3.2.5.3. Fractura por indentación Vickers: evolución de la fisura y estimación de la tenacidad de fractura y de las tensiones residuales.

El análisis de la evolución de la longitud de la fisura radial (superficial) con la carga de indentación, ha mostrado una importante desviación en el recubrimiento, con respecto, tanto a los valores observados en los vidrios monolíticos como a los que se predicen a partir de la expresión de Anstis y col. [134] para la estimación de la tenacidad de fractura. Esta desviación se ve reflejada en una longitud mayor que significa una subvaloración del valor de tenacidad estimado utilizando la misma expresión de Anstis y col. Para considerar el papel de la omisión de la tensión residual en esta subvaloración, el factor de intensidad de tensiones asociado a esta tensión ha sido incluido en la condición de equilibrio, además del componente debido a la indentación, asumiendo siempre una fisura semi-circular. A partir de esta inclusión, se han estimado tanto K_{Ic}^0 como S_{res} mediante el intercepto y la pendiente de una línea recta graficada de la ecuación de equilibrio, para varias cargas de indentación y varias longitudes de fisura. Sin embargo, esta corrección no es suficiente para afinar los resultados de K_{Ic}^0 y S_{res} .

Con el propósito de mejorar la estimación de los resultados con la metodología antes mencionada, se ha considerado la influencia del cambio en la morfología de la fisura

con la carga de indentación. Para todo el rango de cargas utilizadas, la elipticidad presenta una importante desviación con respecto al valor para una fisura semi-circular, demostrando el gran efecto inhibitor que ejerce el substrato en el crecimiento de la fisura en profundidad, fisura media, debido a su influencia en el componente elástico del campo que genera esta fisura y que, normalmente, se desprecia en el caso de un sólido monolítico.

Los cambios de la elipticidad en función de la carga de indentación fueron incluidos en los componentes de la condición de equilibrio a través de factores de corrección, para verificar su influencia en los valores estimados de K_{Ic}^0 y S_{res} siguiendo la misma metodología del intercepto y la pendiente. El valor de K_{Ic}^0 así estimado fue coherente con los valores de referencia. Sin embargo, a pesar de que S_{res} mostró una magnitud similar a la esperada, mantuvo el signo contrario al esperado.

Finalmente, se introdujo un factor de modificación de los componentes de la condición de equilibrio que permiten considerar la influencia de la intercara con un material elásticamente diferente en la fisura que se aproxima a dicha intercara. La introducción de estos factores mantiene el buen ajuste del valor de K_{Ic}^0 estimado y corrigen el sentido de la tensión residual. Sin embargo, el valor de esta tensión aparece sobreestimado.

En resumen, se ha demostrado que la utilización de la metodología del intercepto y la pendiente de la línea recta a partir de la ecuación de condición de equilibrio, es adecuada para una correcta estimación de la tenacidad de fractura y de la tensión residual del recubrimiento. La introducción de los factores de corrección de la elipticidad en los componentes del factor de intensidad de tensiones es suficiente para afinar el cálculo de la tenacidad de fractura y de la magnitud de la tensión residual. Para estimar adecuadamente la tenacidad y el signo correcto de la tensión residual, con un valor sobreestimado, se requiere la introducción del factor de modificación del factor de intensidad de tensión debido al desajuste elástico delante de la fisura que se aproxima a la intercara elásticamente diferente.

